

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

F01N 3/28 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03811670.7

[45] 授权公告日 2008 年 8 月 13 日

[11] 授权公告号 CN 100410505C

[22] 申请日 2003.3.24 [21] 申请号 03811670.7
[30] 优先权

[32] 2002. 3. 22 [33] JP [31] 81237/2002

[86] 国际申请 PCT/JP2003/003495 2003.3.24

[87] 国际公布 WO2003/081001 日 2003.10.2

[85] 进入国家阶段日期 2004.11.22

[73] 专利权人 揖斐电株式会社

地址 日本岐阜县

[72] 发明人 柴田俊明

[56] 参考文献

EP1142619A1 2001.10.10

EP1138389A1 2001.10.4

WO01/71170A1 2001.9.27

审查员 陆 犇

[74] 专利代理机构 北京三友知识产权代理有限公司

代理人 党晓林

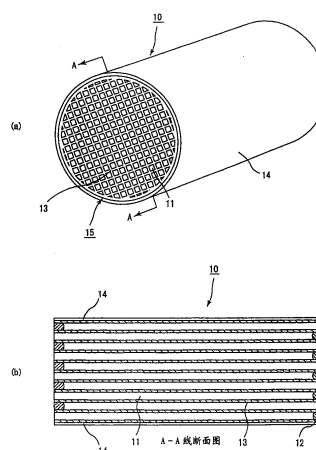
权利要求书 2 页 说明书 53 页 附图 8 页

[54] 发明名称

废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法

[57] 摘要

本发明提供一种废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法。其中，所述多孔质陶瓷柱状体由 1 个部件组成，该废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法具有：制作具有由壁部隔开的多个贯通孔的多孔质陶瓷柱状体的工序；在所述多孔质陶瓷柱状体的外周部上形成包含有机成分的外周密封材料层的工序；以及通过含有氧气的氛围中的加热，来除去所述有机成分的有机成分除去工序，在与所述贯通孔垂直的方向，所述外周密封材料层相对于包含所述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\alpha$ 大于等于 0.5%，通过所述有机成分除去工序，有机成分相对于废气净化用蜂窝状过滤器的比例 $V\alpha$ 小于等于 0.5 重量%。



1、一种废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法，其是在长度方向并列设置有多个由壁部隔开的贯通孔的、由多孔质陶瓷柱状体组成的废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法，其特征：所述多孔质陶瓷柱状体由1个部件组成，

该废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法具有：

制作具有由壁部隔开的多个贯通孔的多孔质陶瓷柱状体的工序；

在所述多孔质陶瓷柱状体的外周部上形成包含有机成分的外周密封材料层的工序；以及

通过含有氧气的氛围中的加热，来除去所述有机成分的有机成分除去工序，

在与所述贯通孔垂直的方向，所述外周密封材料层相对于包含所述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\alpha$ 大于等于0.5%，

通过所述有机成分除去工序，有机成分相对于废气净化用蜂窝状过滤器的比例 $V\alpha$ 小于等于0.5重量%。

2、根据权利要求1所述的废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法，其特征是：在柱状体的内部，载有废气净化用催化剂。

3、一种废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法，其是在长度方向并列设置有多个由壁部隔开的贯通孔的、由多孔质陶瓷柱状体组成的废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法，其特征是：

所述多孔质陶瓷柱状体由多个部件组成，

该废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法具有：

制作具有由壁部隔开的多个贯通孔的多孔质陶瓷柱状体的工序；

通过包含有机成分的内部密封材料层，捆束多个所述多孔质陶瓷柱状体来制作陶瓷块的工序；

在所述陶瓷块的外周部上形成包含有机成分的外周密封材料层的工序；以及

通过含有氧气的氛围中的加热，来除去所述有机成分的有机成分除去工序，

在与所述贯通孔垂直的方向，所述内部密封材料层和所述外周密封材料层相对于包含所述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 大于等于2%，

通过所述有机成分除去工序，有机成分相对于所述废气净化用蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 小于等于0.5重量%。

4、根据权利要求3所述的废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法，其特征是：在所述多孔质陶瓷部件的内部，载有废气净化用催化剂。

5、根据权利要求1~4任一项所述的废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法，其特征是：密封材料层具有粘接功能。

6、根据权利要求1~4任一项所述的废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法，其特征是：密封材料层含有无机粘合剂及/或无机颗粒。

废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法

技术领域

本发明涉及用于除去从柴油发动机等内燃机所排出废气中的微粒等，作为过滤器使用的废气净化用蜂窝状过滤器。

背景技术

目前，从公共汽车、卡车等车辆或施工机械等的内燃机中排出的废气中所包含的微粒危及环境和人体的现象已成为问题。

因此，提出了各种陶瓷过滤器，其使该废气通过多孔质陶瓷，俘获废气中的微粒，进而可净化废气。

作为这样的陶瓷过滤器，人们曾经提出了如图1所示的蜂窝状过滤器10，其构成为：在长度方向并列设置有多个由壁部13隔开的贯通孔11的、由堇青石等组成的柱状体15的外周上形成有密封材料层14，在这种蜂窝状过滤器10中，隔开贯通孔11之间的壁部13具有过滤器的功能（例如参照实公平7-183号）。

即，柱状体15是由一种烧结体构成的，在该柱状体15上所形成的贯通孔11，如图1（b）所示，其废气的入口侧或出口侧中的任意一侧被填充材料12封住，流入一个贯通孔11的废气必须要通过隔开贯通孔11的壁部13之后，从另一贯通孔11排出。

另外，设置密封材料层14的目的是，加强柱状体15的外周部，提高蜂窝状过滤器10的隔热性能。

最近，代替上述的由堇青石制成的蜂窝状过滤器，通常使用具有耐热性、机械强度、俘获效率高、化学性能稳定、压力损失小等优点的由多孔质碳化硅烧结体制成的蜂窝状过滤器。

曾提出的作为上述多孔质碳化硅烧结体制成的蜂窝状过滤器为如图2所示的蜂窝状过滤器20的结构,即,通过密封材料层23将由碳化硅组成的多孔质陶瓷部件30捆束成多个而构成陶瓷块25,在该陶瓷块25的周围形成密封材料层24(例如,参照特开2001-162121号公报)。此外,该多孔质陶瓷部件30,如图3所示,在长度方向上并列设置多个贯通孔31,隔开贯通孔31之间的隔壁33具有过滤器的功能。

即,在多孔质陶瓷部件30上所形成的贯通孔31如图3(b)所示,废气的入口侧或出口侧端部中的任意一侧由填充材料32封住,流入一个贯通孔31的废气必须通过隔开贯通孔31的隔壁33,之后从另一贯通孔31排出。

另外,设置密封材料层24的目的是,在将蜂窝状过滤器20设置在内燃机的排气通道时,防止废气从陶瓷块25的外周部漏出。

将这样构成的蜂窝状过滤器10或蜂窝状过滤器20设置在内燃机的排气通道中,从内燃机排出的废气中的微粒在通过该蜂窝状过滤器时,被壁部13或隔壁33俘获,从而净化废气。

特别是,如图2所示的蜂窝状过滤器20具有极好的耐热性能,也容易进行翻新处理,所以被各种大型车辆或安装了柴油发动机的车辆等所使用。

但是,由于以往的蜂窝状过滤器的密封材料层中含有较多的有机成分,在密封材料层所占比例大的蜂窝状过滤器中含有大量的有机成分。

另外,上述密封材料层并不完全是致密体,其内部也有少量的废气流入。因此,如果将在上述密封材料层中包含大量有机成分的蜂窝状过滤器设置在大型车辆或安装了柴油发动机车辆等的排气通道而进行使用时,由于流入上述密封材料层内部的废气,上述有机成分被排出到外部,废气的有机成分(HC)的量也大幅度地增加。

此外,为了分解、除去向所述外部排出的废气中的有机成分,还提出了载有催化剂的蜂窝状过滤器。然而,以往的蜂窝状过滤器并不能通过上述催化剂充分地分解、除去有机成分。

发明内容

本发明就是为了解决这些问题而提出的,其目的是提供一种即使其内部存在比较多的密封材料层,也几乎不会增加排出的废气中的有机成分量的废气净化用蜂窝状过滤器。

第一发明的废气净化用蜂窝状过滤器具有如下构成,在长度方向并列设置多个通过壁部隔开的贯通孔的、由多孔质陶瓷组成的柱状体的外周上形成有密封材料层,隔开上述贯通孔的壁部具有颗粒俘获用过滤器的功能,其特征是:上述废气净化用蜂窝状过滤器中,在与上述贯通孔垂直的方向,上述密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\alpha$ 大于等于0.5%,所述废气净化用蜂窝状过滤器经由通过含有氧气的氛围中的加热除去有机成分的有机成分除去工序来制造,并且,有机成分相对上述废气净化用蜂窝状过滤器的比例 $V\alpha$ 小于等于0.5重量%。

另外,第二发明的废气净化用蜂窝状过滤器具有如下结构,在长度方向并列设置有由隔壁隔开的多个贯通孔的棱柱形状的多孔质陶瓷部件,通过密封材料层被捆束成多个而形成陶瓷块,在上述陶瓷块的外周部也形成有密封材料层,隔开上述贯通孔的隔壁具有颗粒俘获用过滤器的功能,其特征是:上述废气净化用蜂窝状过滤器中,在与上述贯通孔垂直的方向,上述密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占的面积的比例 $S\beta$ 大于等于2%,所述废气净化用蜂窝状过滤器经由通过含有氧气的氛围中的加热除去有机成分的有机成分除去工序来制造,并且,有机成分相对于上述废气净化用蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 小于等于0.5重量%。

本发明提供一种废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法,其是在长度方向并列设置有多个由壁部隔开的贯通孔的、由多孔质陶瓷柱状体组成的废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法,其特征是:

所述多孔质陶瓷柱状体由1个部件组成,

该废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法具有:

制作具有由壁部隔开的多个贯通孔的多孔质陶瓷柱状体的工序;

在所述多孔质陶瓷柱状体的外周部上形成包含有机成分的外周密封

材料层的工序；以及

通过含有氧气的氛围中的加热，来除去所述有机成分的有机成分除去工序，

在与所述贯通孔垂直的方向，所述外周密封材料层相对于包含所述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\alpha$ 大于等于0.5%，

通过所述有机成分除去工序，有机成分相对于废气净化用蜂窝状过滤器的比例 $V\alpha$ 小于等于0.5重量%。

本发明还提供一种废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法，其是在长度方向并列设置有多个由壁部隔开的贯通孔的、由多孔质陶瓷柱状体组成的废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法，其特征是：

所述多孔质陶瓷柱状体由多个部件组成，

该废气净化用蜂窝状过滤器的制造方法具有：

制作具有由壁部隔开的多个贯通孔的多孔质陶瓷柱状体的工序；

通过包含有机成分的内部密封材料层，捆束多个所述多孔质陶瓷柱状体来制作陶瓷块的工序；

在所述陶瓷块的外周部上形成包含有机成分的外周密封材料层的工序；以及

通过含有氧气的氛围中的加热，来除去所述有机成分的有机成分除去工序，

在与所述贯通孔垂直的方向，所述内部密封材料层和所述外周密封材料层相对于包含所述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 大于等于2%，

通过所述有机成分除去工序，有机成分相对于所述废气净化用蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 小于等于0.5重量%。

在下文的说明中，仅将第一发明的废气净化用蜂窝状过滤器称作第一发明的蜂窝状过滤器，仅将第二发明的废气净化用蜂窝状过滤器称作第二发明的蜂窝状过滤器，在不特别区分两者的情况下，仅称作本发明的蜂窝状过滤器。

附图说明

图1(a)是模拟表示第一发明的废气净化用蜂窝状过滤器一个例子的立体图,图1(b)是其A-A线纵断面图。

图2是模拟表示第二发明的废气净化用蜂窝状过滤器一个例子的立体图。

图3(a)是模拟表示图2所示的用于第二发明的蜂窝状过滤器的多孔质陶瓷部件的立体图,图3(b)是其B-B线纵断面图。

图4是模拟表示制造第二发明的蜂窝状过滤器的情况的侧视图。

图5是表示实施例1~4及比较例1所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

图6是表示实施例5~8及比较例2所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

图7是表示实施例9~12及比较例3所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

图8是表示比较例4~8所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

图9是表示实施例13~16及比较例9所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

图10是表示实施例17~20及比较例10所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

图11是表示实施例21~24及比较例11所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

图12是表示比较例12~16所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

符号说明:

10、20废气净化用蜂窝状过滤器; 11、31贯通孔;
12、32填充材料; 13壁部; 14、23、24密封材料层;
25陶瓷块; 30多孔质陶瓷部件; 33隔壁。

具体实施方式

下面，说明第一发明的蜂窝状过滤器。

第一发明的蜂窝状过滤器具有如下结构，在长度方向并列设置有多个用壁部隔开的贯通孔的、由多孔质陶瓷组成的柱状体外周部上形成密封材料层，隔开上述贯通孔的壁部具有颗粒俘获用过滤器的功能，其特征是：在上述废气净化用蜂窝状过滤器中，在与上述贯通孔垂直方向，上述密封材料层相对于包含上述贯通孔断面的总面积所占的面积的比例 $S\alpha$ 大于等于0.5%，并且，有机成分相对上述废气净化用蜂窝状过滤器的比例 $V\alpha$ 小于等于0.5重量%。

作为第一发明的蜂窝状过滤器的形状，例如可以列举与图1所示蜂窝状过滤器10大致相同的形状，在长度方向并列设置多个通过壁部隔开的贯通孔的柱状体的外周上形成有密封材料层。此外，隔开上述贯通孔之间的壁部具有过滤器的功能。

即，形成在上述柱状体上的贯通孔，废气的入口侧或出口侧端部的任意一侧通过填充材料封住，流入一个贯通孔的废气必须通过隔开上述贯通孔的壁部之后，从另一贯通孔排出。

另外，设置上述密封材料层的目的是，加强上述柱状体的外周部，提高第一发明的蜂窝状过滤器的隔热性能。

但是，第一发明的蜂窝状过滤器的形状并不限于图1所示的圆柱状，例如，还可以列举椭圆柱状或棱柱状等任意形状。

在第一发明的蜂窝状过滤器中，密封材料层只在柱状体的外周形成，在与上述贯通孔垂直方向，上述密封材料层相对于包含上述贯通孔断面的总面积所占的面积的比例 $S\alpha$ 大于等于0.5%。即，在第一发明的蜂窝状过滤器中，存在比较多的密封材料层。

此外，所谓上述 $S\alpha$ ，被定义为：例如，在图1所示的圆柱状的蜂窝状过滤器10的端面，由通过密封材料层14与柱状体15所形成的圆半径为 r 时、以 πr^2 所表示的面积 $S1$ 及上述端面的密封材料层14的面积 $S2$ ，得到 $S\alpha$ 为 $(S2/S1) \times 100$ 。

当上述 $S\alpha$ 不足0.5%时, 存在于包含与蜂窝状过滤器的贯通孔垂直的方向的上述贯通孔的断面的密封材料层非常薄, 废气很难流入上述密封材料层。因此, 即使在含有如相对于后述的蜂窝状过滤器的有机成分的比例 $V\alpha$ 超过0.5重量%的、大量有机成分的情况下, 也很难把这些有机成分向外部排出, 在使用蜂窝状过滤器时, 排出到外部的废气中的有机成分量的增加也是微量的。然而, 如果上述 $S\alpha$ 不足0.5%, 由于密封材料层的面积过于小, 所以, 蜂窝状过滤器的等静压强度(各向同性的压力破坏强度)变得不充分。

另外, 相对于第一发明的蜂窝状过滤器的有机成分的比例 $V\alpha$ 小于等于0.5重量%。

此外, 所谓上述 $V\alpha$, 被定义为: 在将第一发明的蜂窝状过滤器的总重量设为 $V1$, 将上述蜂窝状过滤器中所含的有机成分的总重量设为 $V2$ 时, $V\alpha$ 为 $(V2/V1) \times 100$ 。

当上述 $V\alpha$ 超过0.5重量%时, 蜂窝状过滤器中所含有的有机成分量增加, 在使用上述 $S\alpha$ 超过0.5%的、存在比较多的密封材料层的第一发明的蜂窝状过滤器的情况下, 排出到外部的废气中的有机成分量会大幅度增加。

另外, 优选相对于第一发明的蜂窝状过滤器的有机成分的比例 $V\alpha$ 小于等于0.1重量%。在使用存在比较多的密封材料层的第一发明的蜂窝状过滤器的情况下, 能进一步降低排出到外部的废气中的有机成分量。另外, 在第一发明的蜂窝状过滤器载有能分解、除去废气中的有机成分的催化剂的情况下, 存在于密封材料层的有机成分, 在对其赋予了上述催化剂时, 吸收含有上述催化剂的料浆(slurry), 可以防止在进行固着上述催化剂的热处理时, 在密封材料层引起急剧的膨胀等, 使密封材料层的密封性能降低, 还可以防止存在于密封材料层中的有机成分侵入上述催化剂, 而妨碍上述催化剂的催化作用, 因此, 推测可以进行更多废气的净化。

这样，对作为使相对第一发明的蜂窝状过滤器的有机成分的比例 V_{α} 小于等于0.5重量%的方法，并没有特别的限定，例如，可列举的方法有：调整构成后述第一发明的蜂窝状过滤器的密封材料层的原料或者配合比等的方法；在制造包含大量的有机成分的蜂窝状结构体之后，对该蜂窝状结构体加热，分解、除去上述有机成分的方法等。

作为构成上述密封材料层的材料，也没有特别的限定，例如可以列举由无机粘合剂、有机粘合剂、无机纤维及无机颗粒组成的材料等。

作为上述无机粘合剂，例如可以列举硅溶胶、氧化铝溶胶（slumina sol）等。这些可以单独使用，也可以将两种或两种以上混合使用，在上述无机粘合剂中，优选使用硅溶胶。

另外，上述无机粘合剂含量的下限优选是固体成分的1重量%，更优选为5重量%。另一方面，上述无机粘合剂含量的上限优选是固体成分的30重量%，更优选是15重量%，最佳是9重量%。上述无机粘合剂的含量不到1重量%时，会导致粘接强度的降低，另一方面，超过3重量%时，导致热传导率的降低。

作为上述有机粘合剂，例如可列举：聚乙烯醇、甲基纤维素、乙基纤维素、羧甲基纤维素等，这些可以单独使用，也可以将两种或两种以上混合使用，在上述有机粘合剂中，优选使用羧甲基纤维素。

另外，上述有机粘合剂含量的下限优选是固体成分的0.1重量%，更优选为0.2重量%，最佳是0.4重量%。另一方面，上述有机粘合剂含量的上限优选是固体成分的5.0重量%，更优选是1.0重量%，最佳是0.6重量%。当上述有机粘合剂的含量不到0.1重量%时，会很难抑制密封材料层的迁移，另一方面，当超过5.0重量%时，由于密封材料层的厚度会使有机成分相对于制造的蜂窝状过滤器的比例 V_{α} 超过0.5重量%，在制造蜂窝状过滤器时，后续工序必须实施加热处理。

作为上述无机纤维，可列举例如硅酸铝、莫来石、氧化铝、二氧化硅等陶瓷纤维等。这些可以单独使用，也可以将两种或两种以上混合使用。在上述无机纤维中，优选使用硅酸铝纤维。

上述无机纤维含量的下限优选固体成分的10重量%，更优选为20重量%。另一方面，上述无机纤维含量的上限优选是固体成分的70重量%，更优选是40重量%，最佳是30重量%。当上述无机纤维的含量不到10重量%时，会导致弹性降低，另一方面，当超过70重量%时，会导致热传导性下降，而且，也会降低作为弹性体的效果。

作为上述无机颗粒，可列举例如：碳化物、氮化物等，具体地说，可以列举由碳化硅、氮化硅、氮化硼等组成的无机粉末或金属须等。这些可以单独使用，也可以将两种或两种以上混合使用。在上述无机颗粒中，优选使用热传导性良好的碳化硅。

上述无机颗粒含量的下限优选是固体成分下的3重量%，更优选为10重量%，最佳是20重量%。另一方面，上述无机颗粒含量的上限优选是固体成分的80重量%，更优选是60重量%，最佳是40重量%。当上述无机颗粒的含量不到3重量%时，会导致热传导率降低，另一方面，当超过80重量%时，在使密封材料层曝露于高温的情况下，会导致粘接强度的降低。

上述无机纤维的颗粒（shot）含量的下限优选为1重量%，上限优选为10重量%，更优选是5重量%，最佳是3重量%。另外，其纤维长度的下限优选是1mm，上限优选是100mm，更优选是50mm，最佳是20mm。

当颗粒含量不到1重量%时，制造上比较困难，颗粒含量超过10重量%时，有时会损伤柱状体的外周。另外，当纤维长度不到1mm时，要形成具有弹性的蜂窝状过滤器是比较困难的，超过100mm时，很容易形成毛球状（pill），因此，恶化无机颗粒分散的同时，不能使密封材料层的厚度变薄。

上述无机颗粒的颗粒尺寸的下限优选为0.01 μm ，更优选是0.1 μm 。另一方面，上述无机颗粒的颗粒尺寸的上限优选为100 μm ，更优选是15 μm ，最佳是10 μm 。无机颗粒的颗粒尺寸不到0.01 μm 时，会增加成本，另一方面，无机颗粒的颗粒尺寸超过100 μm 时，会导致粘结力及热传导性的降低。

此处，第一发明的蜂窝状过滤器中所含有的有机成分，具体来说上述有机粘合剂，该有机粘合剂相对第一发明的蜂窝状过滤器的比例 V_{α} 小于等于0.5重量%。

即使存在比较多的密封材料层的蜂窝状过滤器中含有较多的有机成分，在含有充分的氧气的氛围中进行加热时，有机成分很容易分解成 CO_2 及 H_2O ，难以变成有毒气体。但是，废气净化用蜂窝状过滤器，由于设置在氧气少的发动机的排出废气的部分，所以，有机成分不能完全分解，很容易作为甲烷、乙烷、乙烯、丙烯等碳氢化合物或 CO 、 NO_x 等的有毒气体排出，造成很大问题。

然而，第一发明的蜂窝状过滤器，即使存在比较多的密封材料层，由于包含在其中的有机成分非常少，所以，在实际使用第一发明的蜂窝状过滤器时，几乎不会增加向外部排出的废气中所含有的上述碳氢化合物或 CO 、 NO_x 等的有毒气体，也不会发生由蜂窝状过滤器中所含有的有机成分引起的问题。

由上述多孔质陶瓷组成的柱状体的材料并没有特别的限定，例如可以列举氮化铝、氮化硅、氮化硼、氮化钛等氮化物陶瓷，碳化硅、碳化锆、碳化钛、碳化钽、碳化钨等碳化物陶瓷，氧化铝、氧化锆、堇青石、莫来石等氧化物陶瓷等，通常，使用堇青石等氧化物陶瓷。这是因为可以廉价地制造，并且能使热膨胀系数比较小，使用中不会被氧化。此外，也可以使用将金属硅与上述陶瓷混合的含硅陶瓷、由硅与硅酸盐化合物结合的陶瓷。

另外，第一发明的蜂窝状过滤器的平均气孔直径优选是 $5\sim 100\mu\text{m}$ 。平均气孔直径不到 $5\mu\text{m}$ 时，微粒容易引起孔眼堵塞。另一方面，平均气孔直径超过 $100\mu\text{m}$ 时，微粒会穿过气孔，不能俘获该微粒，不能发挥过滤器的作用。

此外，上述多孔质陶瓷部件的气孔直径，例如，可通过水银压入法、通过扫描型电子显微镜（SEM）的测定等的以往公知的方法来测定。

另外,对第一发明的蜂窝状过滤器的气孔率并没有特别的限定,但是,优选是40~80%。气孔率不到40%时,会立即引起孔眼堵塞。另一方面,气孔率超过80%时,会降低柱状体的强度,很容易使其遭到破坏。

此外,上述气孔率可通过水银压入法、阿基米德法及通过描型电子显微镜(SEM)的测定等的以往公知的方法来测定。

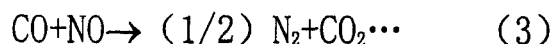
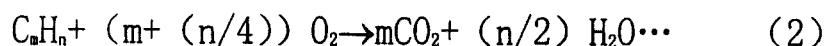
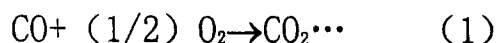
对作为制造这样的柱状体时所使用的陶瓷的颗粒尺寸并没有特别的限定,但是,优选在后续的烧成工序中收缩小的陶瓷,例如,优选将具有平均颗粒尺寸约为0.3~50 μm 的粉末100重量份与具有平均颗粒尺寸约为0.1~1.0 μm 的粉末5~65重量份组合在一起。通过以所述配合方式混合上述颗粒尺寸的陶瓷粉末,可以制造出由多孔质陶瓷组成的柱状体。

另外,优选在第一发明的蜂窝状过滤器的柱状体中载有废气净化用催化剂。当在上述柱状体中载有废气净化用催化剂时,第一发明的蜂窝状过滤器具有俘获废气中的微粒的过滤器的功能,并且还具有能可靠地净化废气中的HC、CO、NO_x等有害成分及由包含在第一发明的蜂窝状过滤器中的少量有机成分所产生的HC等的催化剂转换器的功能。

作为上述废气净化用催化剂,并没有特别的限定,例如可以列举白金、钯、铑等贵金属。这些贵金属可以单独使用,也可以将多个混合使用。

但是,由上述贵金属组成的废气净化用催化剂是所谓的氧化催化剂,然而,作为上述废气净化用催化剂,并不限于上述贵金属,只要是能够净化废气中的CO、HC和NO_x等有害成分的催化剂都可以,可以列举稀土族、碱金属、碱土金属等任意催化剂。

于是,在第一发明的蜂窝状过滤器中载有废气净化用催化剂时,通过使从发动机等内燃机中排出的废气中所含有的CO、HC、NO_x等有害成分与上述废气净化用催化剂接触,可促进下述反应式(1)~(3)所示的主要反应。



根据上述反应式(1)、(2),将废气中所含有的CO与HC氧化成CO₂及H₂O,另外,通过上述反应式(3),借助于CO,将废气中所含有的NO_x还原成N₂和CO₂。

即,如果在第一发明的蜂窝状过滤器中载有废气净化用催化剂,能够将废气中所含有的CO、HC、NO_x等有害成分净化成CO₂、H₂O及N₂,并向外部排出。

通过以上说明,第一发明的蜂窝状过滤器,在与贯通孔垂直的方向,当密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占的面积的比例 $S\alpha$ 在大于等于0.5%时,虽然存在比较多的密封材料层,但是,由于存在于其内部的有机成分的比例 $V\alpha$ 小于等于0.5重量%,是非常少的,所以,在把第一发明的蜂窝状过滤器设置于发动机等内燃机等排气通道中并使用的情况下,被排出的废气中的有机成分几乎不会增加。

另外,在第一发明的蜂窝状过滤器的柱状体中载有废气净化用催化剂,使其发挥俘获废气中的微粒的过滤器功能,同时,使其发挥催化剂转换器的功能,则即使在第一发明的蜂窝状过滤器中含有的少量有机成分被排到外部的情况下,也能借助于上述废气净化用催化剂,将该有机成分可靠地分解、净化。

下面,说明第二发明的蜂窝状过滤器。

第二发明的蜂窝状过滤器具有如下构成,在长度方向并列设置有多个通过隔壁隔开的贯通孔的棱柱形状的多孔质陶瓷部件,通过密封材料层被捆束成多个而构成陶瓷块,在上述陶瓷块的外周部也形成有密封材料层,隔开上述贯通孔的隔壁具有颗粒俘获用过滤器的功能,其特征是:

上述废气净化用蜂窝状过滤器中,在与上述贯通孔垂直的方向,上述密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 大于等于2%,并且,有机成分相对于上述废气净化用蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 小于等于0.5重量%。

作为第二发明的蜂窝状过滤器的形状,例如可以列举与图2所示的蜂窝状过滤器20大致相同的形状,多孔质陶瓷部件通过密封材料层被捆束

成多个而构成陶瓷块，在该陶瓷块的周围也形成有密封材料层。另外，该多孔质陶瓷部件在长度方向并列设置有多个贯通孔，隔开贯通孔之间的隔壁具有过滤器的功能。

即，形成在上述多孔质陶瓷部件上的贯通孔，其废气的入口侧或出口侧端部的任意一侧通过填充材料封住，流入一个贯通孔的废气必须通过隔开上述贯通孔的隔壁之后，从另一贯通孔排出。

另外，设置在上述陶瓷块的外周部所形成的密封材料层的目的是，防止将第二发明的蜂窝状过滤器设置于内燃机的排气通道时，废气从上述陶瓷块的外周部泄漏。

但是，第二发明的蜂窝状过滤器的形状并不限于图2所示的圆柱状，例如，还可以列举椭圆柱状或棱柱状等任意形状。

在第二发明的蜂窝状过滤器，密封材料层在多孔质陶瓷部件之间以及陶瓷块的外周上形成，在与上述贯通孔垂直的方向，上述密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占的面积的比例 $S\beta$ 大于等于2%。即，在第二发明的蜂窝状过滤器中存在比较多的密封材料层。

此外，所谓上述 $S\beta$ ，被定义为：例如，在图2所示的圆柱状的蜂窝状过滤器20的端面，通过密封材料层24与陶瓷块25所形成的圆半径为 r' 时的以 $\pi r'^2$ 所表示的面积 S'_1 及上述端面的密封材料层23与密封材料层24的面积 S'_2 ，得到 $S\beta$ 为 $(S'_2/S'_1) \times 100$ 。

当上述 $S\beta$ 不足2%时，存在于包含蜂窝状过滤器的与贯通孔垂直的方向的上述贯通孔的断面的密封材料层非常薄，废气很难流入上述密封材料层。因此，例如，即使在含有如相对于后述的蜂窝状过滤器的有机成分的比例 $V\beta$ 超过0.5重量%的大量的有机成分的情况下，也很难把这些有机成分向外部排出，在使用蜂窝状过滤器时，排出到外部的废气中的有机成分量的增加也是微量的。然而，如果上述 $S\beta$ 不足2%，由于密封材料层的面积过于小，所以，蜂窝状过滤器的等静压强度（各向同性的压力破坏强度）变得不充分。

另外,第二发明的有机成分相对于蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 小于等于0.5重量%。

此外,所谓上述 $V\beta$,被定义为:在将第二发明的蜂窝状过滤器的总重量设为 $V'1$,将上述蜂窝状过滤器中所含的有机成分的总重量设为 $V'2$ 时, $V\beta$ 为 $(V'2/V'1) \times 100$ 。

当上述 $V\beta$ 超过0.5重量%时,蜂窝状过滤器中所含有的有机成分量增加,在使用如上述 $S\beta$ 超过2%的、存在比较多的密封材料层的第二发明的蜂窝状过滤器的情况下,排出到外部的废气中的有机成分量会大幅度地增加。

另外,优选有机成分相对于第二发明的蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 小于等于0.1重量%。在使用存在比较多的密封材料层的第二发明的蜂窝状过滤器的情况下,能进一步降低排出到外部的废气中的有机成分量。另外,在第二发明的蜂窝状过滤器载有能分解、除去废气中的有机成分的催化剂的情况下,存在于密封材料层的有机成分,在对其赋予了上述催化剂时,吸收含有上述催化剂的料浆,可以防止在为了固着上述催化剂而进行热处理时,在密封材料层引起急剧的膨胀等,使密封材料层的密封性能的降低,还可以防止存在于密封材料层中的有机成分侵入上述催化剂,妨碍上述催化剂的催化作用,因此,推测可以进行更多废气的净化。

这样,对作为把有机成分相对第二发明的蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 降低到小于等于0.5重量%的方法,并没有特别的限定,例如,可列举的方法有:调整构成后述第二发明的蜂窝状过滤器的密封材料层的原料、或者配合比等的方法;在制造包含大量的有机成分的蜂窝状结构体之后,加热该蜂窝状结构体,分解、除去上述有机成分的方法等。

作为构成上述密封材料层的材料,也没有特别的限定,例如可以列举与上述第一发明的蜂窝状过滤器中所说明的密封材料层的材料相同的无机粘合剂、有机粘合剂、无机纤维及无机颗粒组成的材料等。

此处，第二发明的蜂窝状过滤器中所含有的有机成分，具体来说上述的有机粘合剂，该有机粘合剂相对第二发明的蜂窝状过滤器的比例 V_B 小于等于0.5重量%。

即使存在比较多的密封材料层的蜂窝状过滤器中含有较多的该有机成分，在含有充分的氧气的氛围中进行加热时，有机成分很容易分解成 CO_2 及 H_2O ，很难变成有毒气体。但是，废气净化用蜂窝状过滤器，由于设置在氧气少的发动机的排出废气的部分，所以，有机成分不能完全分解，很容易作为甲烷、乙烷、乙烯、丙烯等碳氢化合物或 CO 、 NO_x 等的有毒气体排出，造成很大问题。

然而，第二发明的蜂窝状过滤器，即使存在比较多的密封材料层，由于包含在其中的有机成分非常少，所以，在实际使用第二发明的蜂窝状过滤器时，几乎不会增加向外部排出的废气中所含有的上述碳氢化合物或 CO 、 NO_x 等的有毒气体，也不会发生蜂窝状过滤器中所含有的有机成分引起的问题。

作为上述多孔质陶瓷部件的材料并没有特别的限定，例如可以列举与上述第一发明的蜂窝状过滤器中所说明的柱状体的材料相同的氮化物陶瓷、碳化物陶瓷及氧化物陶瓷等，但这些当中，优选耐热性高、机械特性良好、而且热传导率大的碳化硅，另外，也可以使用将金属硅与上述陶瓷配合的含硅陶瓷、用硅与硅酸盐化合物结合的陶瓷。

另外，上述多孔质陶瓷部件的平均气孔直径及气孔率并没有特别的限定，优选与上述第一发明的蜂窝状过滤器的平均气孔直径及气孔率相同，对制造该多孔质陶瓷部件时所使用的陶瓷的颗粒尺寸也没有特别的限定，优选与上述第一发明的蜂窝状过滤器相同。

另外，优选在第二发明的蜂窝状过滤器的多孔质陶瓷部件中载有与上述第一发明的蜂窝状过滤器相同的废气净化用催化剂。

通过以上说明，第二发明的蜂窝状过滤器，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占的面积的比例 S_B 为大于等于2%，虽然存在比较多的密封材料层，但是，由于存在于其内

部的有机成分的比例 $V\beta$ 小于等于0.5重量%，是非常少的，所以，即使在把第二发明的蜂窝状过滤器设置于发动机等内燃机等排气通道中使用，的情况下，被排出的废气中的有机成分也几乎不会增加。

另外，在第二发明的蜂窝状过滤器中载有废气净化用催化剂，使其发挥俘获废气中的微粒的过滤器的功能，同时，使其发挥催化剂转换器的功能，则即使在第二发明的蜂窝状过滤器中含有的少量有机成分被排向外部的情况下，也能借助于上述废气净化用催化剂，将该有机成分可靠地分解、净化。

下面，参照图1～图4，说明上述发明的蜂窝状过滤器制造方法的一个例子。

首先，说明第一发明的蜂窝状过滤器的制造方法。

制造第一发明的蜂窝状过滤器时，首先，把粘合剂及分散溶液加入陶瓷粉末中，调制原料膏(paste)。

作为上述的粘合剂，并没有特别的限定，例如可列举：甲基纤维素、羧甲基纤维素、羟乙基纤维素、聚乙二醇、酚醛树脂、环氧树脂等。

上述粘合剂的配合量，通常，优选其相对陶瓷粉末100重量份取约1～10重量份。

作为上述分散溶液，并没有特别的限定，例如可列举：苯等有机溶液，甲醇等酒精、水等。

对上述分散溶液进行适量配合，使混合组成物的粘度在一定范围内。

这些陶瓷粉末、粘合剂及分散溶液，用磨碎机等混合之后，经过混合机充分搅拌，借助于挤压成形法，制成与图1所示的柱状体15大致相同形状的柱状陶瓷成形体。

另外，也可以根据需向上述原料膏添加成形辅助剂。

作为上述成形辅助剂，并没有特别限定，例如可列举：乙二醇、糊精、脂肪酸皂、聚乙醇等。

将上述陶瓷成形体用微波干燥机等干燥之后，实施把封口材料填充到规定的贯通孔中的封口处理，再次用微波干燥机等实施干燥处理。

作为上述封口材料,并没有特别的限定,例如可列举与上述原料膏相同的材料。

接着,在规定条件下,对于经过上述封口处理的陶瓷成形体进行脱脂、烧成,借此,制造出由多孔质陶瓷构成的柱状体15。

然后,进行下述工序,即在如上述工序制造出的柱状体15的外周,形成密封材料层14的层状的密封材料层形成工序。

在该密封材料层形成工序中,首先,将柱状体15在其长度方向上进行轴支撑,并使其旋转。

柱状体15的旋转速度并没有特别的限定,优选是 $2\sim 10\text{min}^{-1}$ 。

接着,把密封材料膏附着在正在转动的柱状体15的外周,形成密封材料膏层。

作为上述密封材料膏,并没有特别的限定,例如可以使用包括如上述的无机粘合剂、有机粘合剂、无机纤维及无机颗粒在内的密封材料膏。

另外,在上述密封材料膏中,也可以含有少量水分或溶剂等,但是,该水分或溶剂等,通常通过涂敷密封材料膏后进行加热等差不多都挥发掉(飛散する)。

为了在该密封材料膏中,使该密封材料膏变柔软,使其具有流动性而容易涂敷,除了上述无机纤维、无机粘合剂、有机粘合剂及无机颗粒之外,可以包含大致为总重量的35~65重量%的水或其他丙酮、醇等溶剂等,优选该密封材料膏的粘度是 $15\sim 25\text{Pa}\cdot\text{s}$ (1万~2万cps (cP))。

另外,在上述第一发明的蜂窝状过滤器中如上文所述,第一发明的蜂窝状过滤器,在与上述贯通孔垂直方向,上述密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据的面积的比例 $S\alpha$ 大于等于0.5%。

因此,在该密封材料层形成工序中,有必要调整上述密封材料膏层的厚度,使制造成蜂窝状过滤器后的上述 $S\alpha$ 大于等于0.5%。

另外,在上述第一发明的蜂窝状过滤器中如上文所述,第一发明的蜂窝状过滤器所包含的有机成分,具体地说,是包含在上述密封材料膏中的有机粘合剂。因此,优选预先对构成上述密封材料膏的材料、配合比

等进行调整,使制造后的蜂窝状过滤器中所包含的有机成分比例 V_{α} 小于等于0.5重量%。

另外,不预先进行上述密封材料膏的材料、配合比等的调整,在进行密封材料层形成工序之后,例如在500~700℃的条件下实施加热处理约10~90分钟,借此,分解、除去存在于密封材料层中的有机成分,可以制成所含有有机成分的比例 V_{α} 小于等于0.5重量%的蜂窝状过滤器。

接着,将这样形成的密封材料膏层在约120℃的温度下干燥,由此使水分蒸发而形成密封材料层14,如图1所示,则完成了在柱状体15的外周形成密封材料层14的第一发明的蜂窝状过滤器10的制造。

其次,说明第二发明的蜂窝状过滤器的制造方法。

要制造第二发明的蜂窝状过滤器,首先,制作成为陶瓷块25的陶瓷层叠体。

上述陶瓷层叠体是:通过密封材料层23,将在长度方向并列设置有多个由隔壁33隔开的贯通孔31的棱柱状多孔质陶瓷部件30,被捆束多个而成的柱状构造。

要制造多孔质陶瓷部件30,首先,把粘合剂及分散溶液加入上述的陶瓷粉末中,调制混合组成物。

作为调制上述混合组成物的方法,并没有特别地限定,例如可列举:与上述第一发明的蜂窝状过滤器制造方法中说明的原料膏相同的方法。

接着,将上述混合组成物用磨碎机等混合、并经过混合机充分搅拌之后,借助于挤压成形法,制成与图3所示的多孔质陶瓷部件30大致相同形状的柱状生坯成形体。

将上述生坯成形体用微波干燥机等干燥之后,实施把封口材料填充到规定贯通孔中的封口处理,再次实施用微波干燥机等的干燥处理。

作为上述封口材料,并没有特别的限定,例如可列举与上述混合组成物相同的材料。

接着，在含有氧气的氛围下，对于经过上述封口处理的生坯成形体，通过约400~650℃加热实施脱脂，使粘合剂等挥发，同时使其分解、消失，大体上只有陶瓷粉末残留。

然后，在实施上述脱脂之后，在氮气、氩气等惰性气体氛围下，通过加热到约1400~2200℃进行烧成，对陶瓷粉末进行烧结，制造出多孔质陶瓷部件30。

接着，如图4所示，要制作上述陶瓷层叠体，首先，反复进行下述工序：以在倾斜的状态下能够堆积多孔质陶瓷部件30的方式，在以断面V形状构成的台40上，在倾斜的状态下放置多孔质陶瓷部件30之后，在朝向上侧的两个侧面30a、30b上，以均匀厚度涂敷成为密封材料层23的密封材料膏来形成浆层41，在该浆层上，顺次将其他多孔质陶瓷部件30堆积，由此，制作出规定大小的柱状陶瓷层叠体。这时，在接触陶瓷层叠体4个角上的多孔质陶瓷部件30上使用易剥离的双面胶带等，将四棱柱形状的多孔质陶瓷部件截断成两个部分而得到的三角柱状的多孔质陶瓷部件30c和与三角柱状的多孔质陶瓷部件30c形状相同的树脂部件42粘贴在一起，完成多孔质陶瓷部件30的叠层之后，将构成陶瓷层叠体4个角的树脂部件42全部除去，就可以把陶瓷层叠体制成断面为多角柱状的结构。借此，可以减少对陶瓷层叠体的外周部进行切削加工而制作出陶瓷块后废弃的多孔质陶瓷部件构成的废弃物量。

除上述图4所示方法以外，作为制作断面为多角柱状的陶瓷层叠体的方法，可以根据制作的蜂窝状过滤器的形状，例如使用省略4个角的多孔质陶瓷部件的方法、将三角柱状的多孔质陶瓷部件组合的方法等。当然也可以制作四棱柱状的陶瓷层叠体。

并且，将该陶瓷层叠体在约50~100℃、加热1小时左右的条件下，对上述膏层干燥、固化，使其成为密封材料层23后，例如用金刚石割刀等，将其外周部按照图2所示的形状切削，制作出陶瓷块25。

另外,作为构成密封材料层23的密封材料膏的材料,并没有特别的限定,例如可列举:与上述第一发明的蜂窝状过滤器的制造方法中所说明的密封材料膏相同的材料。

接着,通过进行在这样制成的陶瓷块25的周围形成密封材料层24的层状的密封材料层形成工序,完成在陶瓷块25的外周形成密封材料层24的第二发明的蜂窝状过滤器20的制造。

作为该密封材料层形成工序,并没有特别的限定,例如可列举:与上述第一发明的蜂窝状过滤器的制造方法中所说明的密封材料层形成工序相同的工序。

另外,如在上述第二发明的蜂窝状过滤器中的说明,第二发明的蜂窝状过滤器,在与上述贯通孔垂直的方向,上述密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占的面积的比例 $S\beta$ 大于等于2%。

因此,在该第二发明的蜂窝状过滤器的制造方法中,在制作陶瓷层叠体时及在进行密封材料层形成工序时,有必要调整上述密封材料膏层的厚度,使制造成蜂窝状过滤器后的上述 $S\beta$ 大于等于2%。

另外,在上述第二发明的蜂窝状过滤器中如上文所述,第二发明的蜂窝状过滤器所包含的有机成分,具体地说,是包含在上述密封材料膏中的有机粘合剂。因此,优选预先对构成上述密封材料膏的材料、配合比等进行调制,使制造后的蜂窝状过滤器中所包含的有机成分比例 $V\beta$ 小于等于0.5重量%。

另外,不预先进行上述密封材料膏的材料、配合比等的调制,在进行密封材料层形成工序之后,例如在500~700℃的条件下,实施加热处理约10~90分钟,借此,分解、除去存在于密封材料层中的有机成分,可以制成所含有有机成分的比例 $V\beta$ 小于等于0.5重量%的蜂窝状过滤器。

另外,在这样制造的本发明的蜂窝状过滤器中,也可以载有废气净化用催化剂。如此,载有废气净化用催化剂的本发明的蜂窝状过滤器,具有俘获废气中的微粒的过滤器的功能,并且还具有能可靠地净化废气中的

HC、CO、NO_x等有害成分及包含在本发明的蜂窝状过滤器中的少量有机成分所产生的废气的催化剂转换器的功能。

实施例

下文，通过揭示实施例更详细地说明本发明，不过，本发明并不限于这些实施例。

实施例1

(1) 将平均颗粒尺寸为10 μ m的滑石粉40重量份、平均颗粒尺寸为9 μ m的高岭土10重量份、平均颗粒尺寸为9.5 μ m的氧化铝17重量份、平均颗粒尺寸为5 μ m的氢氧化铝16重量份、平均颗粒尺寸为10 μ m的二氧化硅15重量份、成形辅助剂(乙二醇)6重量份、水16重量份加在一起搅拌，调制原料膏。

接着，把上述原料膏填充到挤压成形机中，以挤压速度为10cm/分制作出与图1所示蜂窝状过滤器10形状大致相同的陶瓷成形体，用微波干燥机将上述陶瓷成形体干燥，把与上述原料膏相同组成的膏填充到规定的贯通孔后，再用干燥机干燥之后，在400℃脱脂，通过在常压的氩气氛围1400℃下，进行3小时烧成，制造出如图1所示的由堇青石组成的圆柱形状的柱状体。

(2) 使用含有纤维长度0.2mm的氧化铝纤维30重量%、平均颗粒尺寸为0.6 μ m的碳化硅颗粒21重量%、硅溶胶15重量%、羧甲基纤维素5.6重量%及水28.4重量%的耐热的密封材料膏，在上述柱状体的外周形成密封材料膏层。

接着，通过在120℃下对该密封材料膏层进行干燥，使其成为密封材料层，从而制造出如图1所示的密封材料层厚度为0.5mm、端面直径为143.8mm的圆柱形状的蜂窝状结构体。

所制造的蜂窝状结构体中的上述密封材料层，相对包含与上述贯通孔垂直的方向的上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例为1.4%，有机成分相对于上述蜂窝状结构体的比例为0.60重量%。

接着,在氧气氛围700℃的条件下,对上述蜂窝状结构体加热90分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 S_{α} 是1.4%,并且,有机成分的比例 V_{α} 为0.05重量%。

实施例2

首先,进行与实施例1的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围600℃的条件下,对上述蜂窝状结构体加热60分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 S_{α} 是1.4%,并且,有机成分的比例 V_{α} 为0.10重量%。

实施例3

首先,进行与实施例1的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,对该蜂窝状结构体加热30分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 S_{α} 是1.4%,并且,有机成分的比例 V_{α} 为0.20重量%。

实施例4

首先,进行与实施例1的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,对该蜂窝状结构体加热10分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 S_{α} 是1.4%,并且,有机成分的比例 V_{α} 为0.50重量%。

比较例1

(1) 进行与实施例1的(1)相同的过程,制造出柱状体。

(2) 利用与实施例1的(2)中所使用的密封材料膏相同的密封材料膏,在上述柱状体的外周上形成密封材料膏层。

接着,在120℃下对该密封材料膏层干燥,制造出如图1所示的密封材料层厚度为0.5mm、端面直径为143.8mm的圆柱形状的蜂窝状过滤器。

在比较例1中制造的蜂窝状过滤器中的上述密封材料层,与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\alpha$ 为1.4%,有机成分相对上述蜂窝状过滤器的比例 $V\alpha$ 为0.60重量%。

评价试验1

将实施例1~4及比较例1所制造的蜂窝状过滤器设置在发动机的排出通道中,在无负载状态下,让发动机以最高转数(3700rpm、0Nm)运转。

这时,在设定导入蜂窝状过滤器之前的废气中所含有的HC的量为A、通过蜂窝状过滤器后向外部排出的废气中所含的HC的量为B的情况下,通过下述式(1),计算废气通过各蜂窝状过滤器所增加的HC的增加率。

$$\text{HC的增加率}(\%) = 100 \times (B - A) / A \cdots (1)$$

评价试验2

在实施例1~4及比较例1所制造的蜂窝状过滤器中,以10g/L的比例赋予载有催化剂用的作为基底的氧化铝层,作为废气净化用催化剂,以2g/L的比例载有白金,然后设置在发动机的排出通道中,在无负载状态下,让发动机以最高转数(3700rpm、0Nm)运转。

这时,在设定导入蜂窝状过滤器之前的废气中所含有的HC的量为A、通过蜂窝状过滤器后向外部排出的废气中所含的HC的量为B'的情况下,通过下述式(2),计算废气通过各蜂窝状过滤器所增加的HC的增加率。

$$\text{HC的增加率}(\%) = 100 \times (B' - A) / A \cdots (2)$$

下表1及图5示出了各个结果。

另外,图5是表示实施例1~4及比较例1所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

表1

	S α (%)	V α (重量%)	HC的增加率 (%)	
			评价试验1	评价试验2
实施例1	1.4	0.05	8	1
实施例2	1.4	0.10	10	2
实施例3	1.4	0.20	12	8
实施例4	1.4	0.50	15	10
比较例1	1.4	0.60	40	35

从评价试验1的结果可以看出，实施例1~4所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为8~15%，是非常小的，但是，比较例1所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为40%，与实施例1~4所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率相比非常大。

另外，从评价试验2的结果可以看出，实施例1~4所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为1~10%，是非常小的，但是，比较例1所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为35%，与实施例所涉及1~4的蜂窝状过滤器中的HC的增加率相比非常大。

实施例5

(1) 以与实施例1的(1)相同的过程制造出柱状体。

(2) 使用含有纤维长度0.2mm的氧化铝纤维27重量%、平均颗粒尺寸为0.6 μ m的碳化硅颗粒19重量%、硅溶胶14重量%、羧甲基纤维素13.2重量%及水26.8重量%的耐热的密封材料膏，在上述柱状体的外周，除了形成厚度为0.2mm的密封材料层外，以与实施例1的(2)相同的过程制造出蜂窝状结构体。

所制造的蜂窝状结构体中的上述密封材料层，在与上述贯通孔垂直的方向，相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例为0.6%，有机成分相对上述蜂窝状结构体的比例为0.60重量%。

接着，在氧气氛围700℃的条件，通过对上述蜂窝状结构体加热90分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材

料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 S_{α} 是0.6%，并且有机成分的比例 V_{α} 为0.05重量%。

实施例6

首先，进行与实施例5的（1）及（2）相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围600℃的条件下，对上述蜂窝状结构体加热60分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 S_{α} 是0.6%，并且有机成分的比例 V_{α} 为0.10重量%。

实施例7

首先，进行与实施例5的（1）及（2）相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围500℃的条件下，对该蜂窝状结构体加热30分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据面积的比例 S_{α} 是0.6%，并且有机成分的比例 V_{α} 为0.20重量%。

实施例8

首先，进行与实施例5的（1）及（2）相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围500℃的条件下，对该蜂窝状结构体加热10分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 S_{α} 是0.6%，并且，有机成分的比例 V_{α} 为0.50重量%。

比较例2

（1）进行与实施例5的（1）相同的过程，制造出柱状体。

（2）利用与实施例5的（2）中所使用的密封材料膏相同的密封材料膏，在上述柱状体的外周上形成密封材料膏层。

接着,在120℃下对该密封材料膏层干燥,制造出如图1所示的密封材料层厚度为0.2mm、端面直径为143.8mm的圆柱形状的蜂窝状过滤器。

在比较例2中制造的蜂窝状过滤器中的上述密封材料层,在与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\alpha$ 为0.6%,有机成分相对上述蜂窝状过滤器的比例 $V\alpha$ 为0.60重量%。

对实施例5~8及比较例2所涉及的蜂窝状过滤器,也进行与关于上述实施例1~4及比较例1所进行的评价试验1及评价试验2相同的评价试验。

下表2及图6示出了各个结果。

另外,图6是表示实施例5~8及比较例2所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

表2

	$S\alpha$ (%)	$V\alpha$ (重量%)	HC的增加率 (%)	
			评价试验1	评价试验2
实施例5	0.6	0.05	6	1
实施例6	0.6	0.10	8	1.5
实施例7	0.6	0.20	10	6
实施例8	0.6	0.50	13	8
比较例2	0.6	0.60	30	25

从评价试验1的结果可以看出,实施例5~8所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为6~13%,是非常小的,但是,比较例2所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为30%,与实施例5~8所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率相比非常大。

另外,从评价试验2的结果可以看出,实施例5~8所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为1~8%,是非常小的,但是,比较例2所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为25%,与实施例5~8所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率相比非常大。

实施例9

(1) 进行与实施例1的(1)相同的过程,制造出柱状体。

(2) 使用含有纤维长度0.2mm的氧化铝纤维26重量%、平均颗粒尺寸为0.6 μ m的碳化硅颗粒19重量%、硅溶胶14重量%、羧甲基纤维素15.8重量%及水25.2重量%的耐热的密封材料膏,在上述柱状体的外周,除了形成厚度为0.17mm的密封材料层外,进行与实施例1的(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

所制造的蜂窝状结构体中的上述密封材料层,在与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例为0.5%,有机成分相对上述蜂窝状结构体的比例为0.60重量%。

接着,在氧气氛围700℃的条件下,通过对上述蜂窝状结构体加热90分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据面积的比例 S_{α} 是0.5%,并且,有机成分的比例 V_{α} 为0.05重量%。

实施例10

首先,进行与实施例9的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围600℃的条件下,对上述蜂窝状结构体加热60分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 S_{α} 是0.5%,并且有机成分的比例 V_{α} 为0.10重量%。

实施例11

首先,进行与实施例9的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,对该蜂窝状结构体加热30分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据面积的比例 S_{α} 是0.5%,并且,有机成分的比例 V_{α} 为0.20重量%。

实施例12

首先，进行与实施例9的（1）及（2）相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围500℃的条件下，对该蜂窝状结构体加热10分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据面积的比例 $S\alpha$ 是0.5%，并且，有机成分的比例 $V\alpha$ 为0.50重量%。

比较例3

（1）进行与实施例9的（1）相同的过程，制造出柱状体。

（2）利用与实施例9的（2）中所使用的密封材料膏相同的密封材料膏，在上述柱状体的外周上形成密封材料膏层。

接着，在120℃下对该密封材料膏层干燥，制造出如图1所示的密封材料层厚度为0.17mm、端面直径为143.8mm的圆柱形状的蜂窝状过滤器。

比较例3中制造的蜂窝状过滤器中的上述密封材料层，在与上述贯通孔垂直的方向，相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据面积的比例 $S\alpha$ 为0.5%，有机成分相对于上述蜂窝状过滤器的比例 $V\alpha$ 为0.60重量%。

对实施例9～12及比较例3所涉及的蜂窝状过滤器，也进行与关于上述实施例1～4及比较例1所进行的评价试验1及评价试验2相同的评价试验。

下表3及图7示出了各个结果。

另外，图7是表示实施例9～12及比较例3所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

表3

	$S\alpha$ (%)	$V\alpha$ (重量%)	HC的增加率 (%)	
			评价试验1	评价试验2
实施例9	0.5	0.05	4	0.5
实施例10	0.5	0.10	6	1
实施例11	0.5	0.20	8	6
实施例12	0.5	0.50	10	8

比较例3	0.5	0.60	25	20
------	-----	------	----	----

从评价试验1的结果可以看出，实施例9～12所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为4～10%，是非常小的，但是，比较例3所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为25%，与实施例9～12所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率相比非常大。

另外，从评价试验2的结果可以看出，实施例9～12所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为0.5～8%，是非常小的，但是，比较例3所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为20%，与实施例9～12所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率相比非常大。

比较例4

- (1) 进行与实施例1的（1）相同的过程，制造出柱状体。
- (2) 使用含有纤维长度0.2mm的氧化铝纤维23重量%、平均颗粒尺寸为0.6μm的碳化硅颗粒16重量%、硅溶胶12重量%、羧甲基纤维素26.3重量%及水22.7重量%的耐热的密封材料膏，在上述柱状体的外周，除了形成厚度为0.1mm的密封材料层外，进行与实施例1的（2）相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

所制造的蜂窝状结构体中的上述密封材料层，在与上述贯通孔垂直的方向，相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据面积的比例为0.3%，有机成分相对上述蜂窝状结构体的比例为0.60重量%。

接着，在氧气氛围700℃的条件下，对上述蜂窝状结构体加热90分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例Sα是0.3%，并且，有机成分的比例Vα为0.05重量%。

比较例5

首先，进行与比较例4的（1）及（2）相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围600℃的条件下，对上述蜂窝状结构体加热60分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层

相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据面积的比例 $S\alpha$ 是0.3%，并且，有机成分的比例 $V\alpha$ 为0.10重量%。

比较例6

首先，进行与比较例4的（1）及（2）相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围500℃的条件下，对该蜂窝状结构体加热30分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\alpha$ 是0.3%，并且，有机成分的比例 $V\alpha$ 为0.20重量%。

比较例7

首先，进行与比较例5的（1）及（2）相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围500℃的条件下，对该蜂窝状结构体加热10分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\alpha$ 是0.3%，并且，有机成分的比例 $V\alpha$ 为0.50重量%。

比较例8

（1）进行与比较例4的（1）相同的过程，制造出柱状体。

（2）利用与比较例4的（2）中所使用的密封材料膏相同的密封材料膏，在上述柱状体的外周上形成密封材料膏层。

接着，在120℃下对该密封材料膏层干燥，制造出如图1所示的密封材料层厚度为0.1mm、端面直径为143.8mm的圆柱形状的蜂窝状过滤器。

在比较例8中制造的蜂窝状过滤器中的上述密封材料层，在与上述贯通孔垂直的方向，相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\alpha$ 为0.3%，有机成分相对上述蜂窝状过滤器的比例 $V\alpha$ 为0.60重量%。

对比较例4～8中所制造的蜂窝状过滤器，也进行与关于上述实施例1～4及比较例1所进行的评价试验1及评价试验2相同的评价试验。

下表4及图8示出了各个结果。

另外,图8是表示比较例4~8所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

表4

	S α (%)	V α (重量%)	HC的增加率 (%)	
			评价试验1	评价试验2
比较例4	0.3	0.05	0.8	0
比较例5	0.3	0.10	1	0
比较例6	0.3	0.20	3	1
比较例7	0.3	0.50	5	3
比较例8	0.3	0.60	8	5

从评价试验1的结果可以看出,比较例4~8所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为0.8~8%,是非常小的,另外,从评价试验2的结果可以看出,比较例4~8所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为0~5%,也非常小。

于是,实施例1~12及比较例1~8所涉及的蜂窝状过滤器是只在柱状体的外周形成密封材料层的结构,实施例1~12及比较例1~3所涉及的蜂窝状过滤器,任何一个蜂窝状过滤器中的上述密封材料层,在与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占的比例S α 大于等于0.5%。

从评价试验1的结果可以看出,在有机成分的比例V α 小于等于0.50重量%的实施例1~12所涉及的蜂窝状过滤器中,从密封材料层中排出的有机分量变少,排出的废气中的HC几乎没有增加,另外,从评价试验2的结果可以看出,在这样的蜂窝状过滤器中载有催化剂时,可使向外部排出的HC的增加率非常小。

另一方面,在有机成分的比例V α 超过0.50重量%的比较例1~3所涉及的蜂窝状过滤器中,从密封材料层中排出的有机分量变多,排出的废气中的HC的增加率非常大,另外,从评价试验2的结果可以看出,在这样

的蜂窝状过滤器中载有催化剂时,虽然可使向外部排出的HC的增加率稍稍变低,但是,与实施例1~12所涉及的蜂窝状过滤器相比,依然非常大。

此外,从比较例4~8所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1的结果可以看出,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占的比例 S_{α} 不到0.5%时,例如,即使有机成分的比例 V_{α} 超过0.50重量%时,从密封材料层中排出的有机分量也很少,排出的废气中的HC几乎不增加。

即,在上述 S_{α} 不到0.5%的蜂窝状过滤器中,例如即使存在于密封材料层的有机成分的比例变多,也不会产生如比较例1~3所示的排出的废气中HC的量增加的问题。

另外,从评价试验2的结果可以看出,如果在这样的蜂窝状过滤器中载有催化剂时,就能够使向外部排出的HC的增加率变得非常小。

实施例13

(1) 相对于向平均颗粒尺寸为 $5\mu\text{m}$ 的 α 型碳化硅粉末60重量%和平均颗粒尺寸为 $0.5\mu\text{m}$ 的 β 型碳化硅粉末40重量%进行湿式混合所得到的混合物100重量份,添加有机粘合剂(甲基纤维素)为5重量份、水为10重量份,进行搅拌得到混合物。接着,将少量可塑剂与润滑剂加到上述混合物中,进一步搅拌后,进行挤压成形,制成生坯成形体。

接着,把上述生坯成形体用微波干燥机干燥,把与上述生坯成形体相同组成的膏填充到规定的贯通孔后,再用干燥机干燥之后,在 400°C 脱脂,在常压的氩气氛围 2200°C 下,进行3小时烧成,制造出图3所示的、其大小为 $34\text{mm}\times 34\text{mm}\times 300\text{mm}$ 、贯通孔的数量为 $31\text{个}/\text{cm}^2$ 、隔壁的厚度为 0.3mm 的碳化硅烧结体组成的多孔质陶瓷部件。

(2) 使用含有纤维长度 0.2mm 的氧化铝纤维31重量%、平均颗粒尺寸为 $0.6\mu\text{m}$ 的碳化硅颗粒22重量%、硅溶胶16重量%、羧甲基纤维素1重量%及水30重量%的耐热的密封材料膏,将该多孔质陶瓷部件用图4说明的方法捆束多个,接着,用金刚石割刀切断,制作出图2所示的圆柱形状的陶瓷块。

接着,用上述密封材料膏,在上述陶瓷块的外周部形成密封材料膏层。然后,在120℃下对该密封材料膏层干燥,制造出如图2所示的蜂窝状过滤器20那样的、在多孔质陶瓷部件之间以及陶瓷块的外周形成的密封材料层的厚度为1.0mm、直径为145.8mm的圆柱形状的蜂窝状结构体。

所制造的蜂窝状结构体中的上述密封材料层,在与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例为7.4%,有机成分相对上述蜂窝状结构体的比例为0.60重量%。

接着,在氧气氛围700℃的条件下,对上述蜂窝状结构体加热90分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是7.4%,并且,有机成分的比例 $V\beta$ 为0.05重量%。

实施例14

首先,进行与实施例13的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围600℃的条件下,对上述蜂窝状结构体加热60分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是7.4%,并且有机成分的比例 $V\beta$ 为0.10重量%。

实施例15

首先,进行与实施例13的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,对该蜂窝状结构体加热30分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据面积的比例 $S\beta$ 是7.4%,并且,有机成分的比例 $V\beta$ 为0.20重量%。

实施例16

首先,进行与实施例13的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围500℃的条件下，对该蜂窝状结构体加热10分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是7.4%，并且有机成分的比例 $V\beta$ 为0.50重量%。

比较例9

- (1) 进行与实施例13的(1)相同的过程，制造出多孔质陶瓷部件。
- (2) 利用与实施例13的(2)中所使用的密封材料膏相同的密封材料膏，将上述多孔质陶瓷部件用图4说明的方法捆束多个，接着，用金刚石刀具切断，制作出图2所示的圆柱形状的陶瓷块。

接着，用上述密封材料膏，在上述陶瓷块的外周部形成密封材料膏层。然后，在120℃下对该密封材料膏层干燥，制造出如图2所示的蜂窝状过滤器20那样的、在多孔质陶瓷部件之间以及陶瓷块的外周形成的密封材料层的厚度为1.0mm、直径为145.8mm的圆柱形状的蜂窝状结构体。

在比较例9中制造的蜂窝状过滤器中的上述密封材料层，在与上述贯通孔垂直的方向，相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为7.4%，有机成分相对上述蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 为0.60重量%。

对实施例13~16及比较例9所涉及的蜂窝状过滤器，也进行与对上述实施例1~4及比较例1所进行的评价试验1及评价试验2相同的评价试验。

下表5及图9示出了各个结果。

另外，图9是表示实施例13~16及比较例9所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

表5

	$S\beta$ (%)	$V\beta$ (重量%)	HC的增加率 (%)	
			评价试验1	评价试验2
实施例13	7.4	0.05	8	1
实施例14	7.4	0.10	10	2
实施例15	7.4	0.20	12	8
实施例16	7.4	0.50	15	10

比较例9	7.4	0.60	40	35
------	-----	------	----	----

从评价试验1的结果可以看出，实施例13~16所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为8~15%，是非常小的，但是，比较例9所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为40%，与实施例13~16所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率相比非常大。

另外，从评价试验2的结果可以看出，实施例13~16所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为1~10%，是非常小的，但是，比较例9所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为35%，与实施例13~16所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率相比非常大。

实施例17

- (1) 进行与实施例13的(1)相同的过程，制造出多孔质陶瓷部件。
- (2) 使用含有纤维长度0.2mm的氧化铝纤维31重量%、平均颗粒尺寸为0.6μm的碳化硅颗粒22重量%、硅溶胶16重量%、羧甲基纤维素2重量%及水29重量%的耐热的密封材料膏，除了密封材料层的厚度为0.5mm外，进行与实施例13的(2)相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

所制造的蜂窝状结构体中的上述密封材料层，在与上述贯通孔垂直的方向，相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例为3.8%，有机成分相对于上述蜂窝状结构体的比例为0.60重量%。

接着，在氧气氛围700℃的条件下对上述蜂窝状结构体加热90分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例Sβ是3.8%，并且有机成分的比例Vβ为0.05重量%。

实施例18

首先，进行与实施例17的(1)及(2)相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围600℃的条件下对上述蜂窝状结构体加热60分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层

相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是3.8%，并且，有机成分的比例 $V\beta$ 为0.10重量%。

实施例19

首先，进行与实施例17的（1）及（2）相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围500℃的条件下对该蜂窝状结构体加热30分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是3.8%，并且，有机成分的比例 $V\beta$ 为0.20重量%。

实施例20

首先，进行与实施例13的（1）及（2）相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围500℃的条件下对该蜂窝状结构体加热10分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是3.8%，并且有机成分的比例 $V\beta$ 为0.50重量%。

比较例10

（1）进行与实施例17的（1）相同的过程，制造出多孔质陶瓷部件。

（2）利用与实施例17的（2）中所使用的密封材料膏相同的密封材料膏，除了密封材料层的厚度为0.5mm外，进行与比较例9的（2）相同的过程，制造蜂窝状过滤器。

在比较例10中制造的蜂窝状过滤器中的上述密封材料层，在与上述贯通孔垂直的方向，相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为4.0%，有机成分相对上述蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 为0.60重量%。

对实施例17～20及比较例10所涉及的蜂窝状过滤器，也进行与关于上述实施例1～4及比较例1所进行的评价试验1及评价试验2相同的评价试验。

下表6及图10示出了各个结果。

另外,图10是表示实施例17~20及比较例10所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

表6

	S β (%)	V β (重量%)	HC的增加率 (%)	
			评价试验1	评价试验2
实施例17	3.8	0.05	6	1
实施例18	3.8	0.10	8	1.5
实施例19	3.8	0.20	10	6
实施例20	3.8	0.50	13	8
比较例10	3.8	0.60	30	25

从评价试验1的结果可以看出,实施例17~20所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为6~13%,是非常小的,但是,比较例10所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为30%,与实施例17~20所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率相比非常大。

另外,从评价试验2的结果可以看出,实施例17~20所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为1~8%,是非常小的,但是,比较例10所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为25%,与实施例17~20所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率相比非常大。

实施例21

(1) 进行与实施例13的(1)相同的过程,制造出多孔质陶瓷部件。

(2) 使用含有纤维长度0.2mm的氧化铝纤维30重量%、平均颗粒尺寸为0.6 μ m的碳化硅颗粒21重量%、硅溶胶16重量%、羧甲基纤维素4重量%及水29重量%的耐热的密封材料膏,除了密封材料层的厚度为0.25mm外,实施与实施例13的(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

所制造的蜂窝状结构体中的上述密封材料层,在与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例为2.0%,有机成分相对于上述蜂窝状结构体的比例为0.60重量%。

接着,在氧气氛围700℃的条件下,对上述蜂窝状结构体加热90分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为1.9%,并且,有机成分的比例 $V\beta$ 为0.05重量%。

实施例22

首先,进行与实施例21的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围600℃的条件下,通过对上述蜂窝状结构体加热60分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据面积的比例 $S\beta$ 为1.9%,并且,有机成分的比例 $V\beta$ 为0.10重量%。

实施例23

首先,进行与实施例21的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,对该蜂窝状结构体加热30分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为1.9%,并且,有机成分的比例 $V\beta$ 为0.20重量%。

实施例24

首先,进行与实施例21的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,对该蜂窝状结构体加热10分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为1.9%,并且,有机成分的比例 $V\beta$ 为0.50重量%。

比较例11

(1) 进行与实施例21的(1)相同的过程,制造出多孔质陶瓷部件。

(2) 利用与实施例21的(2)中所使用的密封材料膏相同的密封材料膏,除了密封材料层的厚度为0.25mm外,实施与比较例9的(2)相同的过程,制造出蜂窝状过滤器。

在比较例11中制造的蜂窝状过滤器中的上述密封材料层,在与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为2.0%,有机成分相对于上述蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 为0.60重量%。

对实施例21~24及比较例11所涉及的蜂窝状过滤器,也进行与关于上述实施例1~4及比较例1所进行的评价试验1及评价试验2相同的评价试验。

下表7及图11示出了各个结果。

另外,图11是表示实施例21~24及比较例11所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

表7

	$S\beta$ (%)	$V\beta$ (重量%)	HC的增加率 (%)	
			评价试验1	评价试验2
实施例21	1.9	0.05	4	0.5
实施例22	1.9	0.10	6	1
实施例23	1.9	0.20	8	6
实施例24	1.9	0.50	10	8
比较例11	1.9	0.60	25	20

从评价试验1的结果可以看出,实施例21~24所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为4~10%,是非常小的,但是,比较例11所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为25%,与实施例21~24的蜂窝状过滤器中的HC的增加率相比非常大。

另外,从评价试验2的结果可以看出,实施例21~24所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为0.5~8%,是非常小的,但是,比

较例11所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为20%，与实施例21～24所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率相比非常大。

比较例12

(1) 进行与实施例13的(1)相同的过程，制造出多孔质陶瓷部件。

(2) 使用含有纤维长度0.2mm的氧化铝纤维28重量%、平均颗粒尺寸为0.6 μ m的碳化硅颗粒20重量%、硅溶胶15重量%、羧甲基纤维素10重量%及水27重量%的耐热的密封材料膏，除了密封材料层的厚度为0.1mm外，实施与实施例13的(2)相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

所制造的蜂窝状结构体中的上述密封材料层，在与上述贯通孔垂直的方向，相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例为0.8%，有机成分相对于上述蜂窝状结构体的比例为0.60重量%。

接着，在氧气氛围700℃的条件下，通过对上述蜂窝状结构体加热90分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是0.8%，并且，有机成分的比例 $V\beta$ 为0.05重量%。

比较例13

首先，进行与比较例12的(1)及(2)相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围600℃的条件下，通过对上述蜂窝状结构体加热60分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是0.8%，并且，有机成分的比例 $V\beta$ 为0.10重量%。

比较例14

首先，进行与比较例12的(1)及(2)相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围500℃的条件下，通过对该蜂窝状结构体加热30分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材

料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是0.8%，并且，有机成分的比例 $V\beta$ 为0.20重量%。

比较例15

首先，进行与比较例12的（1）及（2）相同的过程，制造出蜂窝状结构体。

然后，在氧气氛围500℃的条件下，对该蜂窝状结构体加热10分钟，从而制造出蜂窝状过滤器，其中，在与贯通孔垂直的方向，密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是0.8%，并且，有机成分的比例 $V\beta$ 为0.50重量%。

比较例16

- （1）进行与比较例13的（1）相同的过程，制造出多孔质陶瓷部件。
- （2）利用与比较例12的（2）中所使用的密封材料膏相同的密封材料膏，除了密封材料层的厚度为0.1mm外，实施与比较例9的（2）相同的过程，制造出蜂窝状过滤器。

在比较例16中制造的蜂窝状过滤器中的上述密封材料层，在与上述贯通孔垂直的方向，相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是0.8%，并且，有机成分相对上述蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 为0.60重量%。

对比较例12～16中所制造的蜂窝状过滤器，也进行与对上述实施例1～4及比较例1所进行的评价试验1及评价试验2相同的评价试验。

下表8及图12示出了各个结果。

另外，图12是表示比较例12～16所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1及评价试验2的结果的曲线图。

表8

	$S\beta$ (%)	$V\beta$ (重量%)	HC的增加率 (%)	
			评价试验1	评价试验2
比较例12	0.8	0.05	0.8	0

比较例13	0.8	0.10	1	0
比较例14	0.8	0.20	3	1
比较例15	0.8	0.50	5	3
比较例16	0.8	0.60	8	5

从评价试验1的结果可以看出, 比较例12~16所涉及的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为0.8~8%, 是非常小的, 另外, 从评价试验2的结果可以看出, 比较例12~16所涉及的载有催化剂的蜂窝状过滤器中的HC的增加率为0~5%, 也非常小。

于是, 实施例13~24及比较例9~16所涉及的蜂窝状过滤器, 是在多孔质陶瓷部件之间以及陶瓷块的外周形成的密封材料层的结构体, 实施例13~24及比较例9~11所涉及的蜂窝状过滤器, 任何一个蜂窝状过滤器中的上述密封材料层, 在与上述贯通孔垂直的方向, 相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占的比例 $S\beta$ 都大于等于2.0%。

从评价试验1的结果可以看出, 在有机成分的比例 $V\beta$ 小于等于0.50重量%的实施例13~24所涉及的蜂窝状过滤器中, 从密封材料层中排出的有机分量变少, 排出的废气中的HC几乎没有增加, 另外, 从评价试验2的结果可以看出, 在这样的蜂窝状过滤器中载有催化剂时, 可使向外部排出的HC的增加率非常小。

另一方面, 在有机成分的比例 $V\beta$ 超过0.50重量%的比较例9~11所涉及的蜂窝状过滤器中, 从密封材料层中排出的有机分量变多, 排出的废气中的HC的增加率非常大, 另外, 从评价试验2的结果可以看出, 在这样的蜂窝状过滤器中载有催化剂时, 虽然可使向外部排出的HC的增加率稍稍变低, 但是, 与实施例13~24所涉及的蜂窝状过滤器相比, 依然非常大。

此外, 从比较例12~16所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1的结果可以看出, 在与贯通孔垂直的方向, 密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占的比例 $S\beta$ 不到2%时, 例如, 即使有机成分的比例 $V\beta$ 超

过0.50重量%时,从上述密封材料层中排出的有机分量也较少,排出的废气中的HC几乎不增加。

即,在上述S β 不到2%的蜂窝状过滤器中,例如,即使存在于密封材料层的有机成分的比例变多,也不会产生如比较例9~12所示的排出的废气中HC的量增加的问题。

另外,从评价试验2的结果可以看出,如果在这样的蜂窝状过滤器中载有催化剂,就能够使向外部排出的HC的增加率变得非常小。

实施例25

(1) 向将平均颗粒尺寸为20 μm 的 α 型碳化硅粉末60重量%和平均颗粒尺寸为1.0 μm 的硅粉末40重量%进行湿式混合所得到的混合物100重量份中,添加有机粘合剂(甲基纤维素)为5重量份、水为10重量份,进行搅拌,得到混合物。接着,将少量可塑剂与润滑剂加到上述混合物中,进一步搅拌后,进行挤压成形,制成生坯成形体。

接着,把上述生坯成形体用微波干燥机干燥,把与上述生坯成形体相同组成的膏填充到规定的贯通孔后,再用干燥机干燥之后,在400 $^{\circ}\text{C}$ 脱脂,在常压的氩气氛围1600 $^{\circ}\text{C}$ 下,进行2小时烧成,制造出如图3所示的、其大小为34mm $\times$ 34mm $\times$ 300mm、贯通孔的数量为31个/ cm^2 、隔壁的厚度为0.3mm的碳化硅—硅烧结体组成的多孔质陶瓷部件。

(2) 使用含有纤维长度0.2mm的氧化铝纤维31重量%、平均颗粒尺寸为0.6 μm 的碳化硅颗粒22重量%、硅溶胶16重量%、羧甲基纤维素1重量%及水30重量%的耐热的密封材料膏,将该多孔质陶瓷部件用图4说明的方法捆束,接着,用金刚石割刀切断,制作出图2所示的圆柱形状的陶瓷块。

接着,用上述密封材料膏,在上述陶瓷块的外周部形成密封材料膏层。然后,在120 $^{\circ}\text{C}$ 下对该密封材料膏层干燥,制造出如图2所示的蜂窝状过滤器20那样的、在多孔质陶瓷部件之间以及陶瓷块的外周形成的密封材料层的厚度为1.0mm、直径为145.8mm的圆柱形状的蜂窝状结构体。

所制造的蜂窝状结构体中的上述密封材料层,与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例为7.4%,有机成分相对上述蜂窝状结构体的比例为0.60重量%。

接着,在氧气氛围700℃的条件下,对上述蜂窝状结构体加热90分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据面积的比例 $S\beta$ 是7.4%,并且,有机成分的比例 $V\beta$ 为0.05重量%。

实施例26

首先,进行与实施例25的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围600℃的条件下,对上述蜂窝状结构体加热60分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据面积的比例 $S\beta$ 是7.4%,并且有机成分的比例 $V\beta$ 为0.10重量%。

实施例27

首先,进行与实施例25的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,通过该蜂窝状结构体加热30分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是7.4%,并且,有机成分的比例 $V\beta$ 为0.20重量%。

实施例28

首先,进行与实施例25的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,对该蜂窝状结构体加热10分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是7.4%,并且有机成分的比例 $V\beta$ 为0.50重量%。

实施例29

(1) 进行与实施例25的(1)相同的过程, 制造出多孔质陶瓷部件。

(2) 使用含有纤维长度0.2mm的氧化铝纤维31重量%、平均颗粒尺寸为0.6 μ m的碳化硅颗粒22重量%、硅溶胶16重量%、羧甲基纤维素2重量%及水29重量%的耐热的密封材料膏, 除了密封材料层的厚度为0.5mm外, 实施与实施例25的(2)相同的过程, 制造出蜂窝状结构体。

所制造的蜂窝状结构体中的上述密封材料层, 在与上述贯通孔垂直的方向, 相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例为3.8%, 有机成分相对上述蜂窝状结构体的比例为0.60重量%。

接着, 在氧气氛围700℃的条件下, 对上述蜂窝状结构体加热90分钟, 从而制造出蜂窝状过滤器, 其中, 在与贯通孔垂直的方向, 密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是3.8%, 并且有机成分的比例 $V\beta$ 为0.05重量%。

实施例30

首先, 进行与实施例29的(1)及(2)相同的过程, 制造出蜂窝状结构体。

然后, 在氧气氛围600℃的条件下, 对上述蜂窝状结构体加热60分钟, 从而制造出蜂窝状过滤器, 其中, 在与贯通孔垂直的方向, 密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是3.8%, 并且, 有机成分的比例 $V\beta$ 为0.10重量%。

实施例31

首先, 进行与实施例29的(1)及(2)相同的过程, 制造出蜂窝状结构体。

然后, 在氧气氛围500℃的条件下, 对该蜂窝状结构体加热30分钟, 从而制造出蜂窝状过滤器, 其中, 在与贯通孔垂直的方向, 密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是3.8%, 并且, 有机成分的比例 $V\beta$ 为0.20重量%。

实施例32

首先,进行与实施例29的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,对该蜂窝状结构体加热10分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积,所占据面积的比例 $S\beta$ 是3.8%,并且有机成分的比例 $V\beta$ 为0.50重量%。

实施例33

(1)进行与实施例25的(1)相同的过程,制造出多孔质陶瓷部件。

(2)使用含有纤维长度0.2mm的氧化铝纤维30重量%、平均颗粒尺寸为0.6 μ m的碳化硅颗粒21重量%、硅溶胶16重量%、羧甲基纤维素4重量%及水29重量%的耐热的密封材料膏,除了密封材料层的厚度为0.25mm外,实施与实施例25的(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

所制造的蜂窝状结构体中的上述密封材料层,在与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例为2.0%,有机成分相对上述蜂窝状结构体的比例为0.60重量%。

接着,在氧气氛围700℃的条件下,对上述蜂窝状结构体加热90分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为1.9%,并且,有机成分的比例 $V\beta$ 为0.05重量%。

实施例34

首先,进行与实施例33的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围600℃的条件下,对上述蜂窝状结构体加热60分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为1.9%,并且有机成分的比例 $V\beta$ 为0.10重量%。

实施例35

首先,进行与实施例33的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,对该蜂窝状结构体加热30分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为1.9%,并且有机成分的比例 $V\beta$ 为0.20重量%。

实施例36

首先,进行与实施例33的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,对该蜂窝状结构体加热10分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为1.9%,并且有机成分的比例 $V\beta$ 为0.50重量%。

比较例17

(1)进行与实施例25的(1)相同的过程,制造出多孔质陶瓷部件。

(2)利用与实施例25的(2)中所使用的密封材料膏相同的密封材料膏,将上述多孔质陶瓷部件用图4说明的方法捆束多个,接着,用金刚石刀具切断,制作出如图2所示的圆柱形状的陶瓷块。

接着,用上述密封材料膏,在上述陶瓷块的外周部形成密封材料膏层。然后,在120℃下对该密封材料膏层干燥,制造出如图2所示的蜂窝状过滤器20那样的、在多孔质陶瓷部件之间以及陶瓷块的外周形成的密封材料层的厚度为1.0mm、直径为145.8mm的圆柱形状的蜂窝状过滤器。

在比较例17中制造的蜂窝状过滤器中的上述密封材料层,在与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为7.4%,有机成分相对于上述蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 为0.60重量%。

比较例18

(1)进行与实施例29的(1)相同的过程,制造出多孔质陶瓷部件。

(2) 利用与实施例29的(2)中所使用的密封材料膏相同的密封材料膏,除了密封材料层的厚度为0.5mm之外,进行与比较例17的(2)相同的过程,制造出蜂窝状过滤器。

在比较例18中制造的蜂窝状过滤器中的上述密封材料层,与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为4.0%,有机成分相对上述蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 为0.60重量%。

比较例19

(1) 进行与实施例33的(1)相同的过程,制造出多孔质陶瓷部件。

(2) 利用与实施例33的(2)中所使用的密封材料膏相同的密封材料膏,除了密封材料层的厚度为0.25mm之外,实施与比较例17的(2)相同的过程,制造出蜂窝状过滤器。

在比较例19中制造的蜂窝状过滤器中的上述密封材料层,在与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 为2.0%,有机成分相对上述蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 为0.60重量%。

比较例20

(1) 进行与实施例25的(1)相同的过程,制造出多孔质陶瓷部件。

(2) 使用含有纤维长度0.2mm的氧化铝纤维28重量%、平均颗粒尺寸为0.6 μm 的碳化硅颗粒20重量%、硅溶胶15重量%、羧甲基纤维素10重量%及水27重量%的耐热的密封材料膏,除了密封材料层的厚度为0.1mm之外,实施与实施例25的(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

所制造的蜂窝状结构体中的上述密封材料层,在与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例为0.8%,有机成分相对于上述蜂窝状结构体的比例为0.60重量%。

接着,在氧气氛围700℃的条件下,通过对上述蜂窝状结构体加热90分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是0.8%,并且,有机成分的比例 $V\beta$ 为0.05重量%。

比较例21

首先,进行与比较例20的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围600℃的条件下,对上述蜂窝状结构体加热60分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是0.8%,并且,有机成分的比例 $V\beta$ 为0.10重量%。

比较例22

首先,进行与比较例20的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,对该蜂窝状结构体加热30分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是0.8%,并且,有机成分的比例 $V\beta$ 为0.20重量%。

比较例23

首先,进行与比较例20的(1)及(2)相同的过程,制造出蜂窝状结构体。

然后,在氧气氛围500℃的条件下,对该蜂窝状结构体加热10分钟,从而制造出蜂窝状过滤器,其中,在与贯通孔垂直的方向,密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是0.8%,并且有机成分的比例 $V\beta$ 为0.50重量%。

比较例24

(1)进行与比较例25的(1)相同的过程,制造出多孔质陶瓷部件。

(2)利用与比较例20的(2)中所使用的密封材料膏相同的密封材料膏,除了密封材料层的厚度为0.1mm之外,实施与比较例17的(2)相同的过程,制造出蜂窝状过滤器。

在比较例24中制造的蜂窝状过滤器中的上述密封材料层,在与上述贯通孔垂直的方向,相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占面积的比例 $S\beta$ 是0.8%,有机成分相对上述蜂窝状过滤器的比例 $V\beta$ 为0.60重量%。

对实施例25~36及比较例17~24中所制造的蜂窝状过滤器,也进行与关于上述实施例1~4及比较例1所进行的评价试验1及评价试验2相同的评价试验。

下表9示出了各个结果。

表9

	S β (%)	V β (重量%)	HC的增加率 (%)	
			评价试验1	评价试验2
实施例25	7.4	0.05	8	1
实施例26	7.4	0.10	10	2
实施例27	7.4	0.20	12	8
实施例28	7.4	0.50	15	10
实施例29	3.8	0.05	6	1
实施例30	3.8	0.10	8	1.5
实施例31	3.8	0.20	10	6
实施例32	3.8	0.50	13	8
实施例33	1.9	0.05	4	0.5
实施例34	1.9	0.10	6	1
实施例35	1.9	0.20	8	6
实施例36	1.9	0.50	10	8
比较例17	7.4	0.60	40	35
比较例18	3.8	0.60	30	25
比较例19	1.9	0.60	25	20
比较例20	0.8	0.05	0.8	0
比较例21	0.8	0.10	1	0
比较例22	0.8	0.20	3	1
比较例23	0.8	0.50	5	3
比较例24	0.8	0.60	8	5

于是,实施例25~36及比较例17~24所涉及的蜂窝状过滤器,是在多孔质陶瓷部件之间以及陶瓷块的外周形成的密封材料层的构造,实施例

25~36及比较例17~19所涉及的蜂窝状过滤器, 任何一个蜂窝状过滤器中的上述密封材料层, 在与上述贯通孔垂直的方向, 相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占的比例 $S\beta$ 都大于等于2%。

从评价试验1的结果可以看出, 在有机成分的比例 $V\beta$ 小于等于0.50重量%的实施例25~36所涉及的蜂窝状过滤器中, 从密封材料层中排出的有机分量变少, 排出的废气中的HC几乎没有增加, 另外, 从评价试验2的结果可以看出, 在这样的蜂窝状过滤器中载有催化剂时, 可使向外部排出的HC的增加率非常小。

另一方面, 在有机成分的比例 $V\beta$ 超过0.50重量%的比较例17~19所涉及的蜂窝状过滤器中, 从密封材料层中排出的有机分量变多, 排出的废气中的HC的增加率非常大, 另外, 从评价试验2的结果可以看出, 在这样的蜂窝状过滤器中载有催化剂时, 虽然可使向外部排出的HC的增加率稍稍变低, 但是, 与实施例25~36所涉及的蜂窝状过滤器相比, 依然非常大。

此外, 从比较例20~24所涉及的蜂窝状过滤器的评价试验1的结果可以看出, 在与贯通孔垂直的方向, 密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占的比例 $S\beta$ 不到2%时, 例如, 即使有机成分的比例 $V\beta$ 超过0.50重量%, 从密封材料层中排出的有机分量变少, 排出的废气中的HC也几乎不增加。

即, 在上述 $S\beta$ 不到2%的蜂窝状过滤器中, 例如, 即使存在于密封材料层的有机成分的比例变多, 也不会产生如比较例17~19所示的排出废气中HC的量增加的问题。

另外, 从评价试验2的结果可以看出, 如果在这样的蜂窝状过滤器中载有催化剂, 就能够使向外部排出的HC的增加率变得非常小。

实施例37~39及比较例25~26

除了将形成于柱状体外周上的密封材料层的厚度变更为如表10所示之外, 进行与实施例1相同的过程, 制造出蜂窝状过滤器。

实施例40~41、参考例1及比较例27

除了将多孔质陶瓷部件之间以及陶瓷块的外周的密封材料层的厚度便更为如表11所示之外, 进行与实施例13相同的过程, 制造出蜂窝状过滤器。

实施例42~43、参考例2及比较例28

除了将多孔质陶瓷部件之间以及陶瓷块的外周的密封材料层的厚度变更为如表11所示之外, 进行与实施例25相同的过程, 制造出蜂窝状过滤器。

评价试验3

对于实施例1、13、25、37~43、参考例1~2及比较例25~28所制造的蜂窝状过滤器, 测定进行静水压力冷挤压(冷間静水压プレス)时的破坏强度(等静压强度)。其结果在表10及表11中示出。

表10

	密封材料层的厚度 (mm)	S α (%)	等静压强度 (kg/cm ²)
实施例1	0.5	1.38	30
实施例37	0.3	0.83	27
实施例38	0.2	0.55	23
实施例39	0.17	0.47	20
比较例25	0.14	0.39	11
比较例26	0.1	0.28	8

表11

	密封材料层的厚度 (mm)		S β (%)	等静压强度 (kg/cm ²)
	多孔质陶瓷部件之间	陶瓷块的外周		
实施例13	1	1	7.41	35
实施例40	0.5	0.5	3.77	33
实施例41	0.25	0.25	1.90	30
参考例1	0.2	0.2	1.52	25

比较例27	0.1	0.1	0.76	20
比较例25	1	1	7.41	34
实施例42	0.5	0.5	3.77	33
实施例43	0.25	0.25	1.90	29
参考例2	0.2	0.2	1.52	24
比较例28	0.1	0.1	0.76	18

如表10所示,在长度方向并列设置有多个由壁部隔开的贯通孔的由多孔质陶瓷组成的柱状体的外周上形成有密封材料层的蜂窝状过滤器中,在与贯通孔垂直的方向,随着密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据的比例 $S\alpha$ 的缩小,等静压强度降低。如果上述 $S\alpha$ 大于等于0.5 (0.47) %,则具有必要的等静压强度,但是,由于上述的 $S\alpha$ 不到0.5 (0.47) %,所以,等静压强度下降的幅度会变大,不具有充分的等静压强度。

另外,如表11所示,在长度方向并列设置有多个由隔壁隔开的贯通孔的柱状形状的多孔质陶瓷部件,通过密封材料层将其捆束成多个而构成陶瓷块,在上述陶瓷块的外周部也形成有密封材料层的蜂窝状过滤器中,在与贯通孔垂直的方向,随着密封材料层相对于包含上述贯通孔的断面的总面积所占据的比例 $S\beta$ 的缩小,等静压强度降低。如果上述 $S\beta$ 大于等于2 (1.90) %,则具有必要的等静压强度,但是,由于上述的 $S\beta$ 不到2 (1.90) %,所以,等静压强度下降的幅度会变大,不具有充分的等静压强度。

本发明的废气净化用蜂窝状过滤器,如上所述,即使其内部存在比较多的密封材料层,所排出的废气中的有机成分量几乎不会增加。

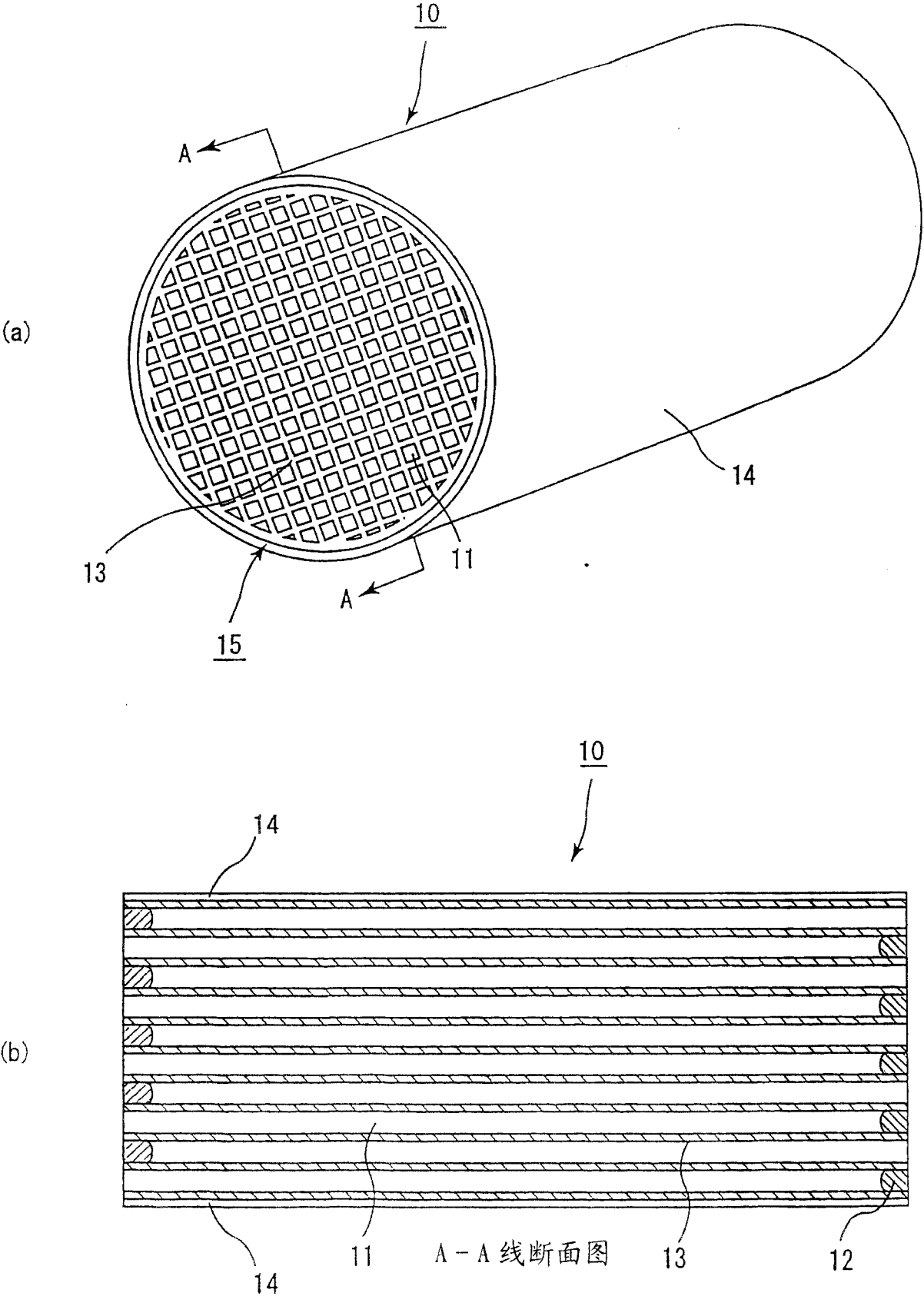


图 1

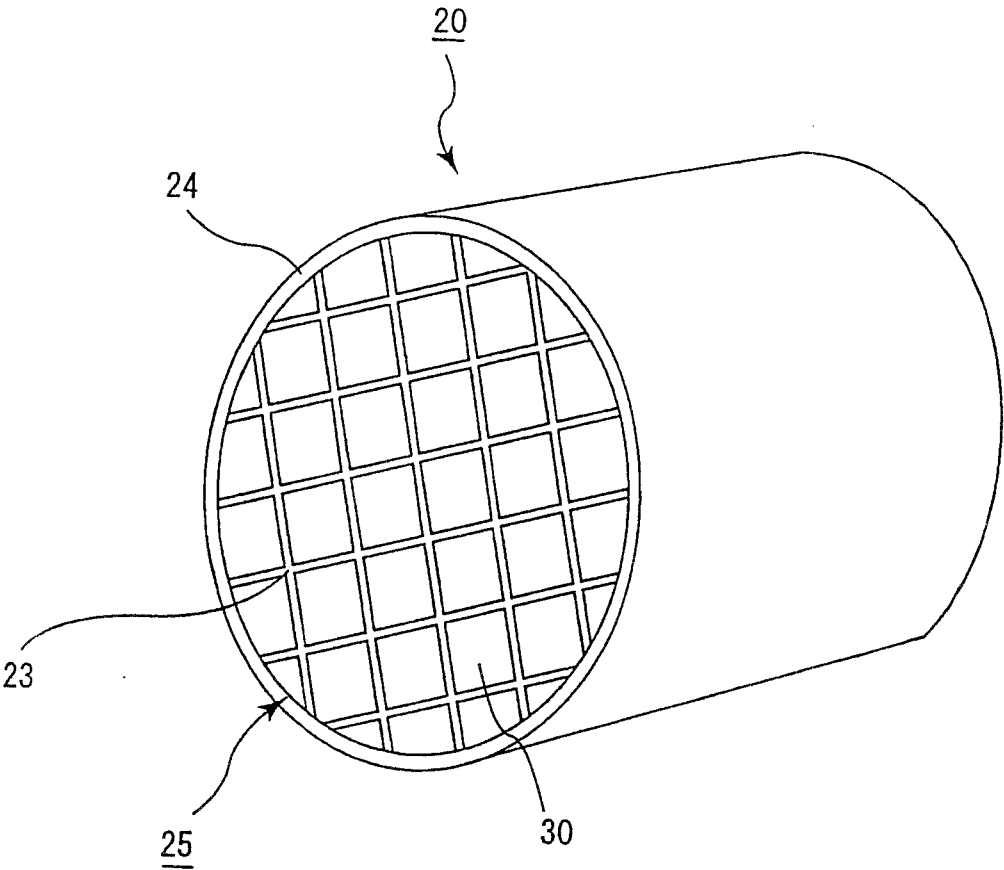
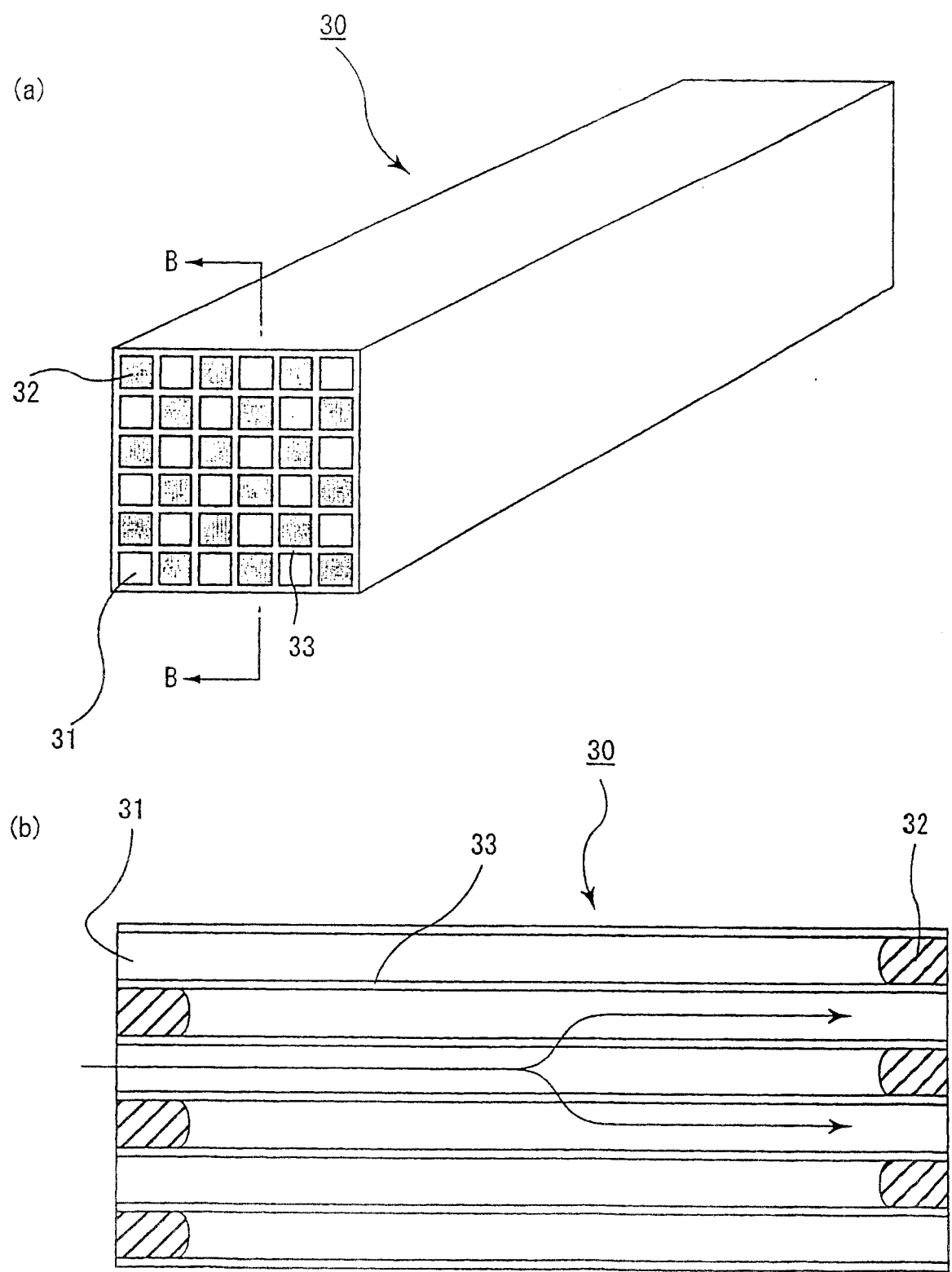


图 2



B - B 线断面图

图 3

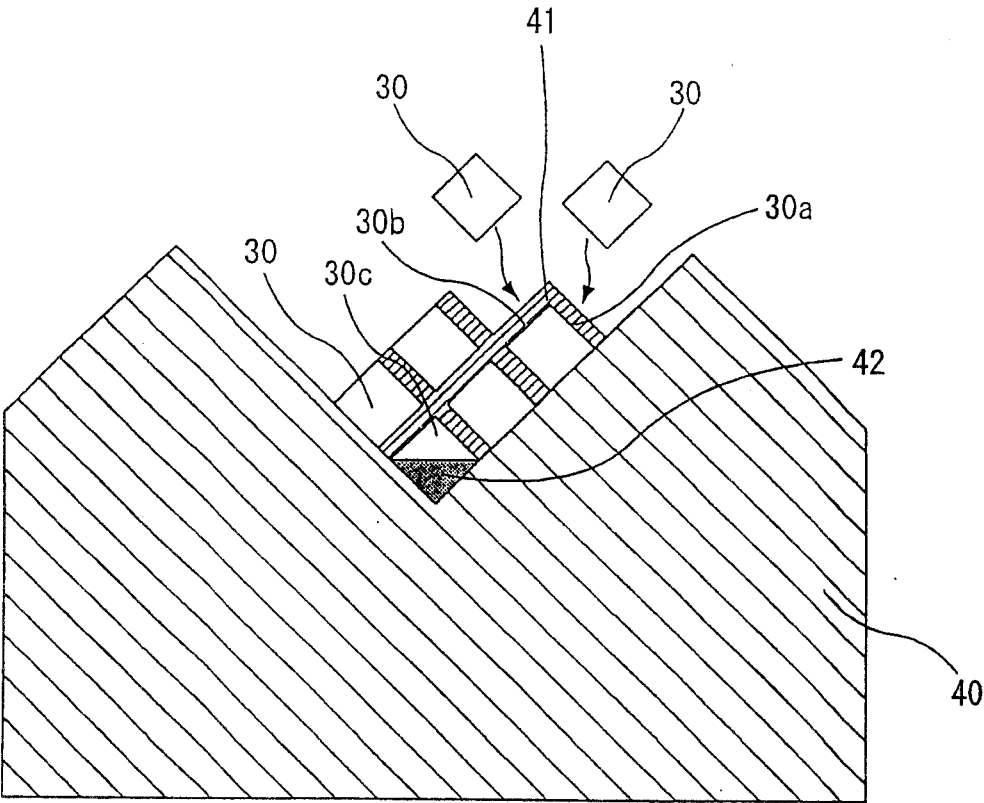


图 4

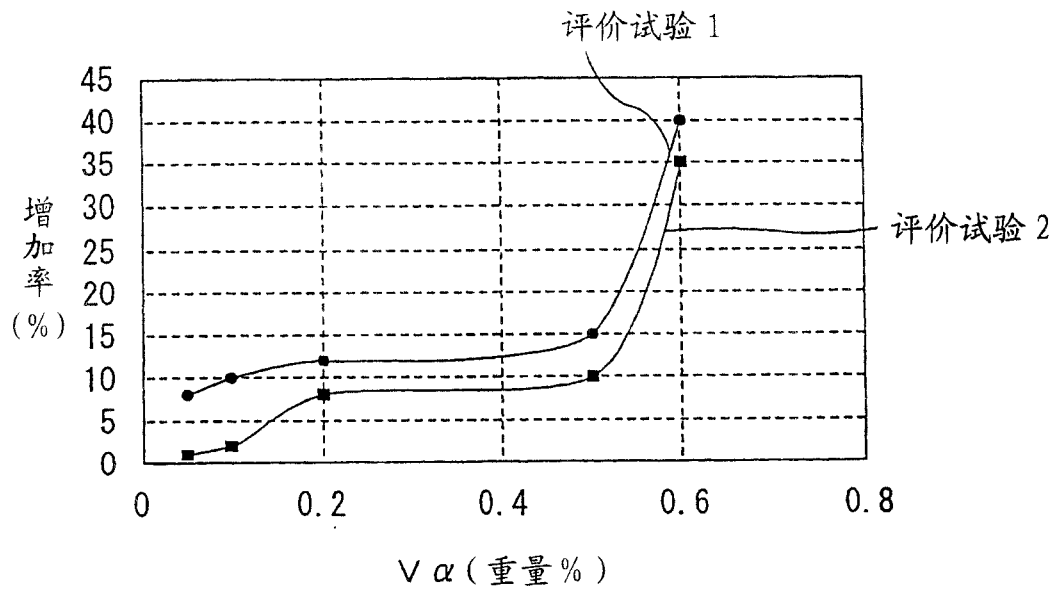


图 5

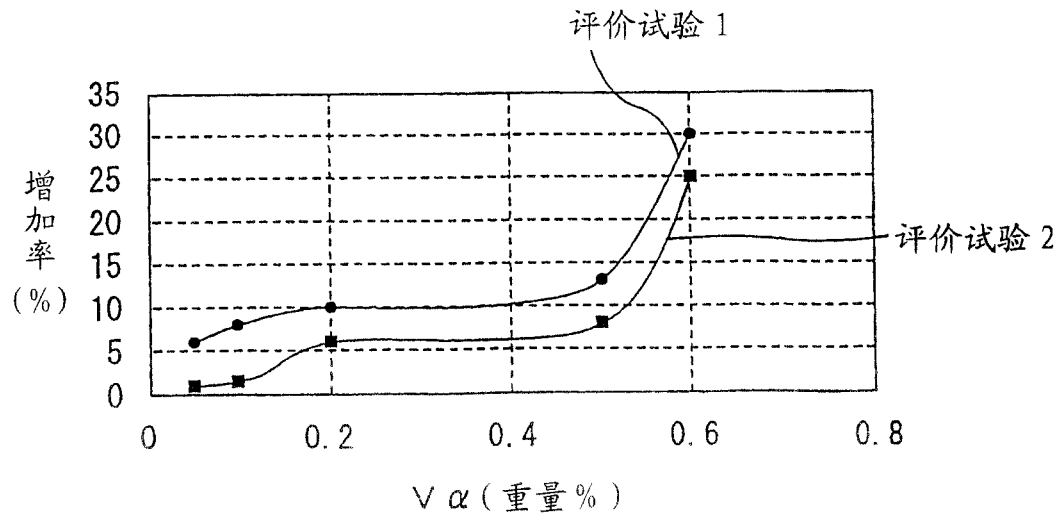


图 6

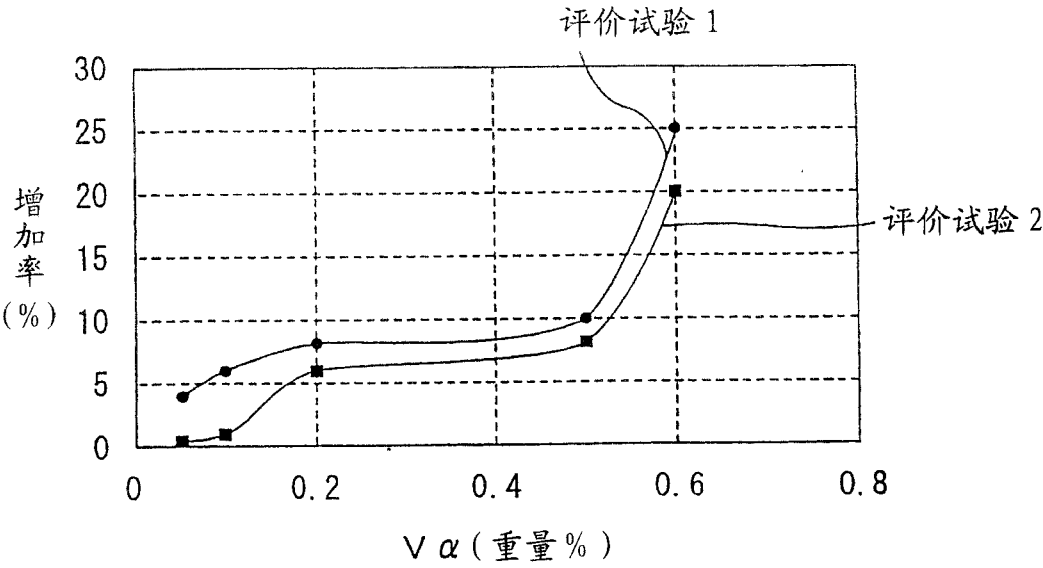


图 7

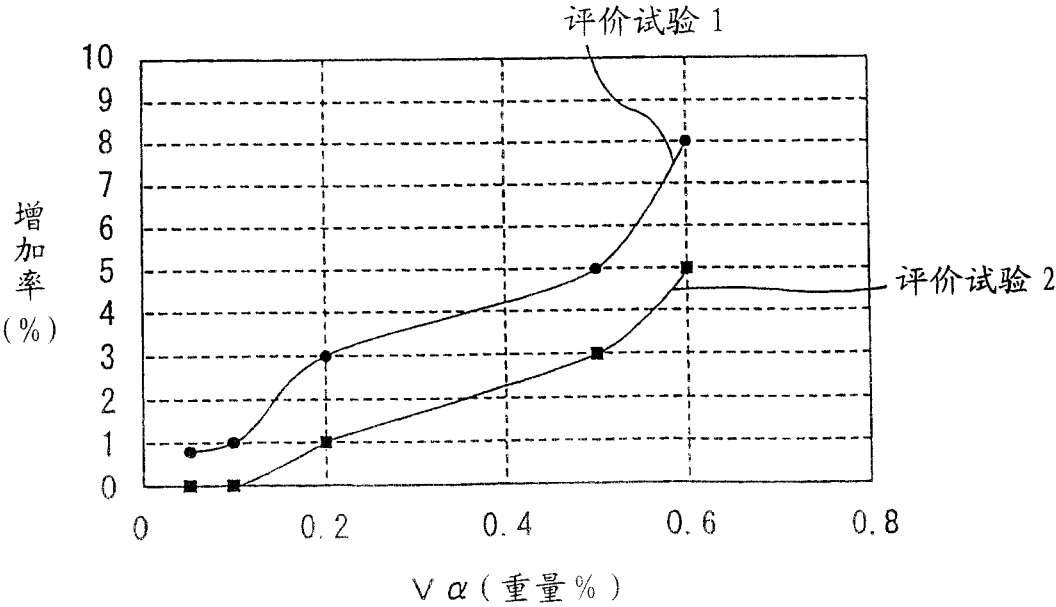


图 8

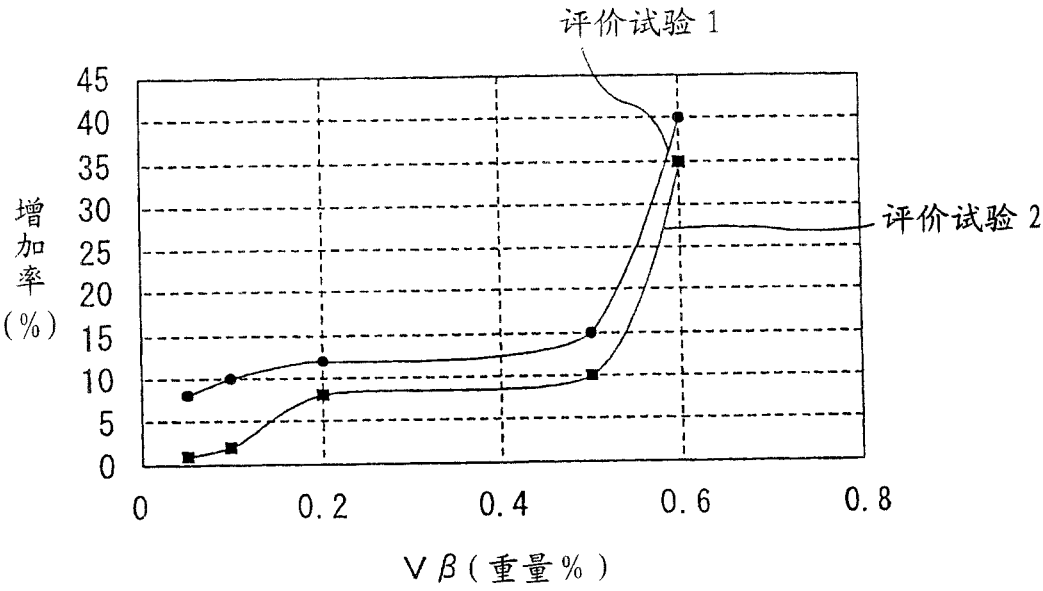


图 9

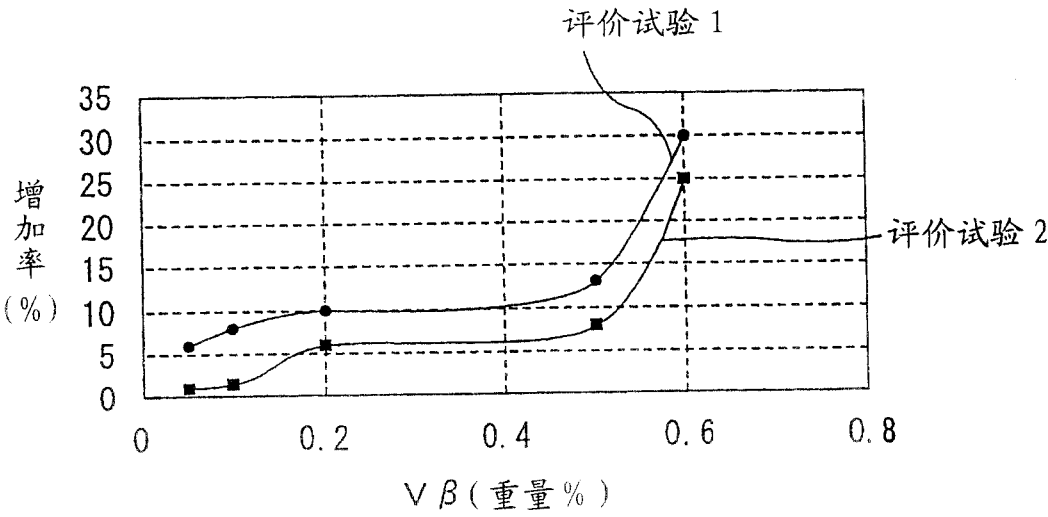


图 10

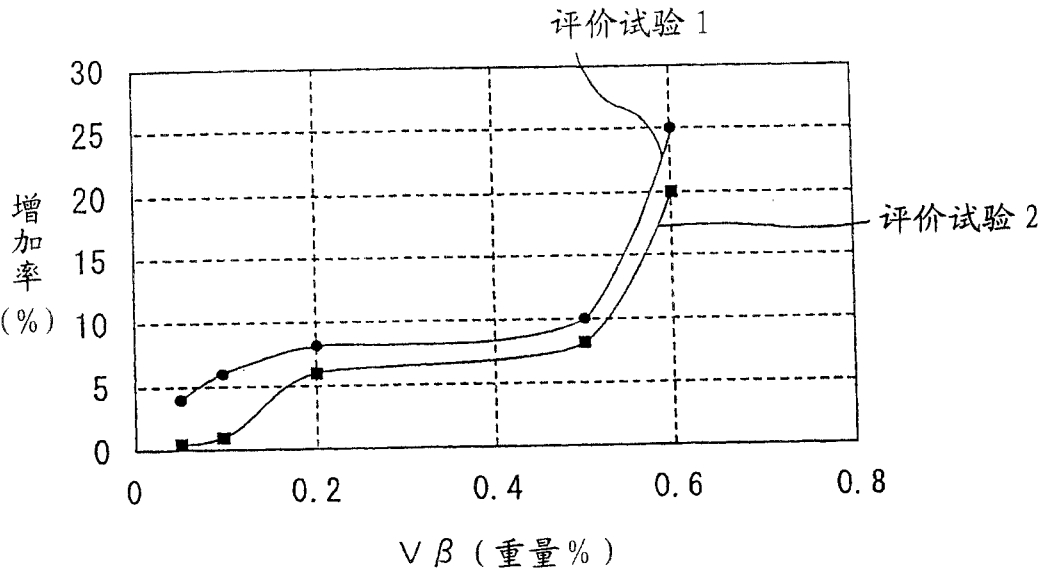


图 11

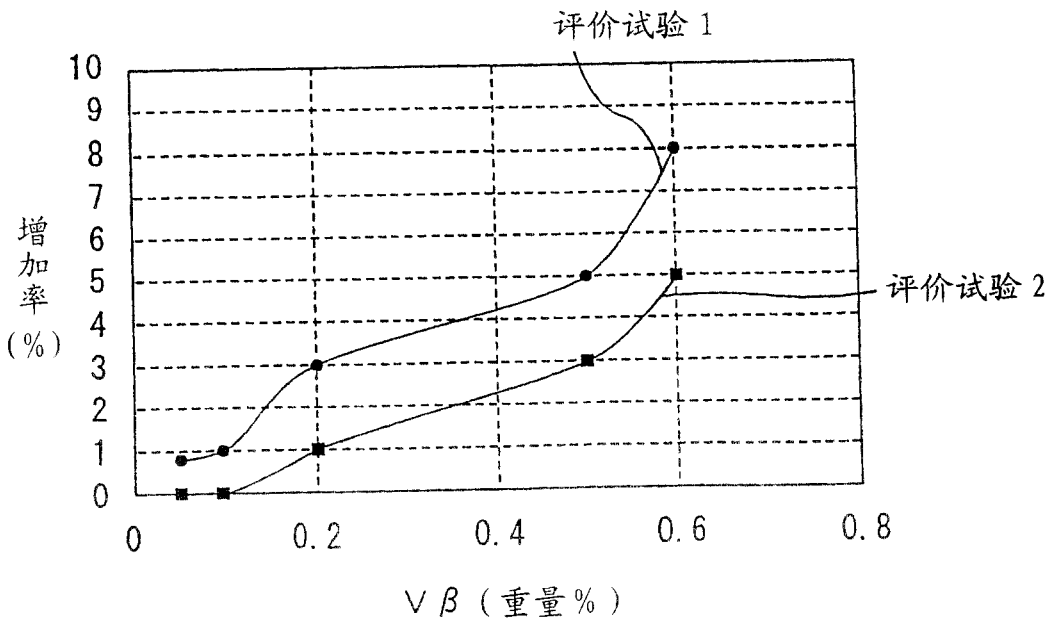


图 12