

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6196219号

(P6196219)

(45) 発行日 平成29年9月13日(2017.9.13)

(24) 登録日 平成29年8月25日(2017.8.25)

(51) Int.Cl.

F I

B 2 8 B 11/08 (2006.01)

B 2 8 B 11/08

G O 1 B 21/30 (2006.01)

G O 1 B 21/30

I O 1 F

B 2 8 B 13/00 (2006.01)

B 2 8 B 13/00

Z

請求項の数 10 (全 19 頁)

(21) 出願番号 特願2014-527281 (P2014-527281)
 (86) (22) 出願日 平成24年8月23日 (2012.8.23)
 (65) 公表番号 特表2014-529526 (P2014-529526A)
 (43) 公表日 平成26年11月13日 (2014.11.13)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2012/051971
 (87) 国際公開番号 W02013/032831
 (87) 国際公開日 平成25年3月7日 (2013.3.7)
 審査請求日 平成27年8月21日 (2015.8.21)
 (31) 優先権主張番号 61/527,846
 (32) 優先日 平成23年8月26日 (2011.8.26)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 502141050
 ダウ グローバル テクノロジーズ エル
 エルシー
 アメリカ合衆国 ミシガン州 48674
 , ミッドランド, ダウ センター 204
 O
 (74) 代理人 100092783
 弁理士 小林 浩
 (74) 代理人 100120134
 弁理士 大森 規雄
 (74) 代理人 100104282
 弁理士 鈴木 康仁
 (72) 発明者 ミュロン・ジョン・マウラー
 アメリカ合衆国 ミシガン州 48601
 サギノー メープル・ロード 2414
 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セラミック体を作製する改良された方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

a) 押出成型生素地部品の外表面又は複数の外表面上の、1以上の直線状経路の押出方向の反りを測定して、前記押出成型セラミック生素地部品の前記1以上の直線状経路の最大の押出方向の反りを測定可能とする手順と、

b) 最大の凸状反りを有する前記外表面上の直線状経路又は前記外表面を識別する手順と、

c) 前記最大の凸状反りを有する前記外表面上の直線状経路又は前記外表面上の位置が搬送体に接触するように、前記生素地部品を搬送体に載置する手順と、

d) 前記凸状形状を有する前記外表面上の直線状経路又は前記外表面が前記搬送体を向くよう搬送体に載置された状態で前記生素地部品を加工し、前記生素地部品をセラミック部品に変換する加工の結果として反りを軽減する手順と、を含む方法。

【請求項 2】

請求項1に記載の方法であって、前記反りが10%以上軽減される、方法。

【請求項 3】

請求項1に記載の方法であって、前記部品が複数の平坦表面を有する、方法。

【請求項 4】

請求項3に記載の方法であって、物体の形状がマッピングされ、前記マッピングの結果を用いて前記部品の1以上の前記外表面又は直線状経路の反りを計算する、方法。

【請求項 5】

10

20

請求項 1 に記載の方法であって、前記物体の 1 以上の前記外表面又は直線状経路の反りは、収集されたデータ点に基づいて算出された最小二乗適合平面を用いて決定される、方法。

【請求項 6】

請求項 1 に記載の方法であって、形成された前記セラミック部品の 1 以上の前記外表面又は直線状経路の反りが3 . 0 mm 以下である、方法。

【請求項 7】

請求項 1 に記載の方法であって、前記生素地部品の各外表面の識別を容易にするため、前記外表面のうち一つが参照マークを付される、方法。

【請求項 8】

請求項 3 に記載の方法であって、最終的に得られる平坦側面が、3 . 0 mm 以下の平面度を有する、方法。

【請求項 9】

請求項 1 乃至 8 のいずれかに記載の方法であって、前記セラミック体がハニカムフィルタである、方法。

【請求項 10】

a) 1 以上の平坦側面を有する押出成型セラミック生素地部品の、前記 1 以上の平坦側面の平面度を求める手順と、

b) 凸状形状を有する側面を識別する手順と、

c) 前記凸状形状を有する側面を向けて、前記生素地部品を搬送体に載置する手順と、

d) 前記凸状形状を有する側面を向けて搬送体に載置された状態で、前記生素地部品をセラミック部品に変換する手順と、

を含み、少なくとも一の平坦側面の最終的な平面度が、3 . 0 mm 以下の平面度を有する、方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

優先権の主張

本願は、参照によりその全体が本明細書に組み込まれる、2011年8月26日に出願された仮出願第61/527,846号に基づき優先権を主張する。

【0002】

発明の分野

本発明は、概して、輪郭形状の向上されたセラミック体を作製する方法と、該セラミック体から作製されるフィルタに関する。更に本発明は、概して、性能の向上されたセラミック体を作製する方法と、該方法により作製されるフィルタに関する。

【背景技術】

【0003】

ディーゼル及びガソリンエンジンは、可溶性の有機物と炭素との微粒子であるすす粒子と、典型的な有害エンジン排気ガス（例えば、HC、CO、NO_x）とを排出する。排出されるすすの量を抑止するための規制が敷かれている。このような課題に対処するために、すすフィルタが用いられている。フィルタは、すすを焼却することによって、定期的に再生しなければならず、フィルタ材料の熱膨張係数と差温が引き起こす応力を原因としてフィルタの割れを引き起こすおそれのある、軸方向と半径方向の温度勾配による応力が発生する。

【0004】

応力を克服するために、触媒コンバータ、熱交換器、及びフィルタ等のセラミックハニカムと、より小さなハニカムセグメントとを、セグメントの配列として組み立てることにより、大きなハニカム構造体が形成される（セグメント化基板）。参照により本明細書に組み込まれる米国特許第6,669,751号に記載されるとおり、熱伝導性を向上して組み立て後のハニカムが最終的に達する温度を低下させるために、ハニカム間にセメント

10

20

30

40

50

層が用いられてきた。熱伝導性の向上を実現する観点から、熱質量／熱伝導性を向上させるため、及び小さなハニカムセグメントへの適用を容易にするため、これらのセメント／シーリング層／接着剤にはセラミック微粒子が用いられてきた。参照により本明細書に組み込まれる米国特許第5,914,187号に記載されるとおり、焼成に先立って該セメントを適用することを容易にする（例えば、粒子の分離を軽減する）ため、及び強度等セメントの一部の機械的特性を向上するため、このようなセメントはしばしばセラミック繊維、セラミックバインダ、及び有機バインダを添加される。

【0005】

これらのフィルタを作製するために組み立てられる上記ハニカムセグメントは、完全に真直な表面を有さず、完全に平坦ではない。貼り合わされる表面の、該表面に沿った真直度又は平面度（以下、平坦度ともいう）のばらつきが大きすぎると、表面が比較的平坦で真直である場合に比べ、ハニカムセグメントの表面を貼り合わせるために用いるセメントを厚くしなければならない。セメントの層が厚いと、例えば背圧が上昇して熱安定性が減少する等、組み立てられたハニカムに悪影響を及ぼし得る。セグメント表面の平坦度を測定する方法が知られており、参照により本明細書に組み込まれる米国特許第6,596,666号及び米国特許第7,879,428号では、平坦度を測定する方法としてJIS B 0621-1984を引用している。通常、平坦度は2つの平行な平面を定義することで測定される。第一の平面は、ハニカムセグメントの一面のうち、ハニカムセグメントの中心に対して最も内側の表面により定義され（測定点の最小二乗適合平面）、第二の平面は、ハニカムセグメントの同じ面のうち最も外側の表面により定義される。外側から内側を減算して求められる平面間の距離は、平坦度として知られ、定義により常に正の値である。平坦度の数値は小さいほど良い。実際には、複数のデータ点（例えば、x、y、z）をとって表面をマッピングし、点の集団に基づいて最小二乗適合平面を算出する。製造においては、完成したセグメントの平坦度を測定し、許容可能な限度を超えた平坦度を有する側面がある場合、その部品は排除又は破棄される。多数のセグメントを破棄することは、望ましくないコストの増加につながる。

【0006】

セラミック体の作製プロセスでは、線又は表面に沿って湾曲した輪郭（反り）を有する部品が多数発生し得る。湾曲した輪郭は、セラミック体を想定された用途に用いる際に問題を生じ得る。より大きなセラミックの配列を作製するためにセラミック体を用いる場合、このような湾曲した輪郭（真直でない、又は平坦でない）は、より大きな配列の組み立てに適さない部品が発生したり、他の部品に適切に接着するために多量のセメントが必要になったりする原因になり得る。許容できない反りを有する単位を多数含まない、押出成型セラミック体を作製する方法が求められている。

【0007】

向上した流れ（例えば、より低い背圧）とより高い耐熱衝撃性をもつセグメント化されたセラミック部品を作製する方法であって、周知の技術よりも効率的（例えば、セグメントの採用率がより高い、又はセグメントの廃棄率がより低い）な方法が求められている。許容できない反り又は平坦度を有するセグメントを識別し、該反り又は平坦度の修正を可能にすることにより、製造時の廃棄率を低下させ、セラミック体とセラミック体の部品との特性を向上させる方法が求められている。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

向上した流れ（例えば、より低い背圧）とより高い耐熱衝撃性をもつセグメント化されたセラミック部品を作製する方法であって、周知の技術よりも効率的（例えば、セグメントの採用率がより高い、又はセグメントの廃棄率がより低い）な方法が求められている。許容できない反り又は平坦度を有するセグメントを識別し、該反り又は平坦度の修正を可能にすることにより、製造時の廃棄率を低下させ、セラミック体とセラミック体の部品との特性を向上させる方法が求められている。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明は、a) 押出成型セラミック部品の表面又は該外表面上の1以上の直線状経路の押出方向の反りを測定して、該押出成型セラミック生素地部品の外表面又は該1以上の直線状経路の最大の押出方向の反りを測定する手順と、b) 最大の凸状反りを有する前記外表面上の直線状経路又は前記外表面を識別する手順と、c) 前記外表面上の直線状経路又は前記外表面の、前記最大の凸状形状を有する位置が搬送体に接触するように、前記生素地部品を搬送体に載置する手順と、d) 前記凸状形状を有する前記外表面上の直線状経路又は前記外表面が前記搬送体を向くよう搬送体に載置された状態で前記生素地部品を加工することで、加工の結果として反りを軽減する手順と、を含む方法である。

10

【0010】

本発明の別の実施形態は、a) 外表面又は複数の外表面(例えば平坦側面)の1以上の直線状経路を有する押出成形されたセラミック生素地部品の外表面又は複数の外表面(例えば平坦側面)の1以上の直線状経路の点の数を識別する手順と、b) 凸状形状を有する直線状経路又は表面(面)を識別する手順と、c) 前記凸状形状を有する直線状経路又は表面(側面)を向けて前記生素地部品を搬送体に載置する手順と、d) 前記凸状形状を有する直線状経路又は表面(側面)が搬送体を向き、かつ接触するよう搬送体に載置された状態で、前記生素地部品をセラミック部品に変換する手順と、を含み、得られるセラミック部品において、外表面又は複数の外表面(例えば平坦側面)の1以上の直線状経路の反り又は平坦度が軽減される、方法である。好ましい実施形態において、セラミック部品の1以上の平坦側面の平坦度が求められる。好ましくは、本発明の方法を経たセラミック部品の1以上の平坦側面は、約0~約3.0mmである。好ましくは、外表面の直線状経路又は外表面の平坦側面の直線状経路の反りは、2.0mm以下であり、より好ましくは、1.0mm以下である。本明細書において、直線状経路とは、押出成形された生素地部品の外表面に沿った線であり、好ましくは押出方向に延設される。好ましくは、搬送体はコンベアーのラック、又はコンベアー上のプレートであり、搬送体は、該部品をセラミック部品に変換する加工中に該部品を支持するよう構成される。一の実施形態において、セラミック部品の1以上の表面は、合わせ表面を有する他の1以上のセラミック部品にセメントで結合される。好ましくは、対応する表面は平坦表面である。好ましくは、セラミック部品、セグメントは、複数の平坦側面(表面)を有する。好ましくは、1以上の直線状経路及び/又は表面がマッピングされ、マッピングの結果を用いて、マッピングされた直線状経路又は表面の反り及び/又は平坦度を算出する。好ましくは、生素地部品の全ての表面(面)の識別を容易にするために、生素地部品の表面のうちの1つには参照マークが付される。好ましくは、全ての側面(表面)の最終的な平坦度は、約0~3.0mmである。好ましくは、全ての平坦表面又は直線状経路の押出方向の反りは、約0~2.0mmである。

20

30

【0011】

本発明は、許容可能な反り及び/又は平坦度を有する押出成型セラミック部品を作製する方法を提供する。本方法は、許容不可能な反り及び/又は平坦度を有する部品の修正を可能にする。セラミック部品を作製する本発明の方法は、向上した流れ(例えば、より低い背圧)とより高い熱性能をもつセグメント化されたセラミック部品の作製を提供し、この方法は、周知の技術よりも効率的(例えば、セグメントの採用率がより高い、又はセグメントの廃棄率がより低い)である。本方法は、許容できない反り又は平坦度を有するセグメントを識別し、該反り又は平坦度の修正を可能にすることにより、製造時の廃棄率を低下させ、組み立て後のセラミック部品の特性を向上させる。好ましくは、本発明の方法では、凸状形状を有する直線状経路又は平坦側面の反り及び/又は平坦度の数値が約25%以上低減される。好ましくは、複数のセラミック部品の製造の合格率が、他の作製方法に比べて10%向上する。

40

【図面の簡単な説明】

【0012】

50

【図 1】セグメント表面を測定するシステム内のセラミックセグメントを示す図である。

【図 2】参照マークを付されたセグメントを示す図である。

【図 3】セグメント表面上の線の例を示す図である。

【図 4】セラミック部品の表面の反りを示す表面の測定データのグラフを示す図である。

【図 5】搬送体に載置した反りのあるセグメントの様々な向きを示す図である。

【図 6】実施例で用いられる固定システムによって、固定座標系を定義する方法を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0013】

本明細書内で提示される説明及び図解は、本発明とその原理、及び実用について他の当業者に知らしめることを目的とする。当業者であれば、実用上の要件に最適となる様々な形態で、本発明を応用及び適用できる。記載されている本発明の各実施形態は、本発明を網羅するものではなく、また、限定するものでもない。本発明の範囲は、上記の記載を参照することによって、ではなく、特許請求の範囲と、該特許請求の範囲と同等のもの全範囲とを参照することにより決定されるべきものである。特許出願及び特許公報を含む全ての文献及び参照の記載は、全ての目的のために参照により本明細書に援用される。以下の特許請求の範囲より抽出されたその他の組み合わせも可能であり、これらは参照により本記載に援用される。

【0014】

本発明は、許容可能な反り（真直度）及び／又は平坦度を有する製品の割合を向上させ、かつ、該方法の結果として、許容不可能な反り及び／又は平坦度を有するセラミック生素地の大部分を修正できる、セラミック製品を作製する改良された方法に関する。別の実施形態において、本発明は、許容可能な反り及び／又は平坦度を有する製品の割合を向上させ、かつ、該方法によって、許容不可能な反り及び／又は平坦度を有するセラミック生素地の大部分を修正できる、外表面に直線状経路又は平坦表面（側面）を有するセラミック製品を作製する改良された方法に関する。本方法は、通常、以下の手順を含む。外表面に 1 以上の直線状経路又は平坦表面を有する押出成型セラミック生素地ハニカム部品の、外表面上の 1 以上の直線状経路又は平坦表面の反りを測定する手順と、b) 凸形状を有する直線状経路又は表面を識別する手順と、c) 前記凸形状を有する直線状経路又は表面を向けて、前記生素地部品を搬送体に載置する手順と、d) 前記凸形状を有する直線状経路又は表面が搬送体を向き、かつ接触するよう搬送体に載置された状態で、前記生素地部品をセラミック部品に変換する手順。本方法で用いるセラミック生素地は、ニアネットシェイプを有するセラミック部品の前駆体であり、該部品はほぼ乾燥されている、つまり、セラミック前駆体に混合され、該セラミック部品の望ましい形状を成形するための混合物を構成する液状キャリアが、大部分又はほとんど全て除去されている。湿潤セラミック生素地からの上記液状キャリアの除去について言う場合、「大部分除去される」とは、生素地に対して結合剤の除去及びセラミック構造の形成を行う際に、上記液状キャリアがこれらのプロセスの妨げにならないことを意味する。この文脈で「大部分除去される」とは、乾燥後のセラミック生素地体に残存している上記液状キャリアが 10 重量%以下、好ましくは約 5 重量%以下であることを意味する。本明細書で「反り」とは、セラミック体の長さ方向の寸法及び／又は幅方向の寸法に沿って、平坦度又は真直性から逸脱していることを意味する。上記直線経路に対する真直性とは、セラミック生素地体の表面上の直線の特性であって、完全に真直な直線からどれだけ逸脱しているかに関連する特性を指す。この直線状経路は、セラミック体の押出方向に配置されるのが好ましい。

【0015】

ハニカムは、公知の方法等の任意の適切な方法で形成されてよく、最も一般的な方法は、セラミック粒子と、塑性物質を形成し粒子を結合する押出用添加物ならびに液体と、で構成されるセラミックの塑性物質を押出成型する方法である。通常、押出成型されたハニカムはその後、キャリア液を乾燥させ、潤滑剤等の有機添加物、結合剤、及び界面活性剤を加熱除去し、更なる加熱を行ってセラミック粒子を融合又は焼結させるか、後に融合す

10

20

30

40

50

る新しい粒子を形成する。このような方法は数多くの特許及び公開文書に記載されている。その代表的な例の一部としては、米国特許第4,329,162号、4,741,792号、4,001,028号、4,162,285号、3,899,326号、4,786,542号、4,837,943号、及び5,538,681号を挙げることができ、いずれも参照によって、本明細書に援用される。

【0016】

セラミック部品は一般的に、1以上のセラミック構造前駆体と、セラミック前駆体と、任意で1以上の結合剤と、1以上の液状キャリアと、を接触させることで作製される。上記セラミック前駆体は、特定の条件に曝露された際にセラミック体又はセラミック部品を生成する反応剤又は成分である。本発明の方法によって、得られる湿潤セラミック生素地、最終的にはセラミック体の生成には、公知のあらゆるセラミック前駆体を用いてよい。セラミック前駆体の例としては、ムライト（参照により本明細書に援用される米国特許第7,485,594号、第6,953,554号、第4,948,766号、及び第5,173,349号に記載のもの等）、炭化ケイ素、コージェライト、チタン酸アルミニウム、アルミナ、酸化ジルコニウム、窒化ケイ素、窒化アルミニウム、酸窒化シリコン、シリコン浸炭窒化物、スボジュメン、ストロンチウムアルミニウムケイ酸塩、リチウムアルミニウムケイ酸塩、ムライトとコージェライトとの複合物、等のうち1以上を調製するために用いられる前駆体が挙げられる。好適な多孔質セラミック体としては、ムライト、炭化ケイ素、チタン酸アルミニウム、コージェライト、ceramind結合剤とセラミック繊維の組成物、ムライト、ムライトとコージェライトとの複合物、又はこれらの組み合わせ、が含まれる。好適な炭化ケイ素は、米国特許第6,582,796号、6,669,751B1号、国際特許公開第EP1142619A1号、及びWO2002/070106A1号に記載されている。他の適切な多孔質体は、参照により本明細書に援用されるWO2004/011386A1号、WO2004/011124A1号、米国特許第2004/0020359A1号、及びWO2003/051488A1号に記載されている。本発明に有用な有機結合剤には、湿潤セラミック生素地の成型を可能とする、あらゆる周知の材料が含まれる。該結合剤は、セラミック前駆体が反応してセラミック体又はセラミック部品を形成する温度よりも低い温度で分解又は燃焼する有機材料であることが好ましい。参照により本明細書に援用されるIntroduction to the Principles of Ceramic Processing (J. Reed 著、Wiley Interscience、1988年)に記載のものが、好適な結合剤に含まれる。特に好適な結合剤は、メチルセルローズ（例えばMETHOCEL A15LVメチルセルローズ、ダウ・ケミカル社製、ミシガン州ミッドランド）である。液状キャリアには、成型可能な湿潤セラミック混合物の調製を容易にするあらゆる液体が含まれる。Introduction to the Principles of Ceramic Processing (J. Reed 著、Wiley Interscience、1988年)に記載の材料が、好適な液状キャリア（分散剤）に含まれる。特に好適な液状キャリアは、水である。湿潤セラミック生素地の調製に有用な混合物は、周知の方法をはじめとする任意の適切な方法によって、作られてよい。その例としては、ボールミル粉碎、リボン混合、垂直型スクリュウ混合、V型混合、及び摩擦摩鋳が挙げられる。混合物は、乾式（つまり、液状キャリアを用いずに）、又は湿式で調製できる。液状キャリアを用いずに混合物を調製する場合、本段落に記載のいずれかの方法で、液状キャリアを後から追加する。

【0017】

セラミック前駆体と、任意で結合剤と、液状キャリアと、の混合物は、公知の方法で成型してよい。その例としては、射出成形、押出成形、静水圧圧縮成形、スリップ鑄込成形、ローラー圧縮、及びテープ成形が挙げられる。これらのそれぞれは、参照により本明細書に援用されるIntroduction to the Principles of Ceramic Processing (J. Reed 著、Wiley Interscience、1988年)に詳述されている。好ましい実施形態において、混合物は、

10

20

30

40

50

最終的な所望のセラミック体、例えばフロースルー型フィルタ、のニアネットシェイプ及び寸法に成形される。ニアネットシェイプ及び寸法とは、湿潤セラミック生素地体の寸法が、最終製品のセラミック体の寸法の10体積%以内であり、好ましくは寸法及び形状が最終製品のセラミック体の寸法の5体積%以内であることを意味する。一の好適な実施形態において、セラミック構造にはハニカム構造が含まれる。好ましくは、ハニカム構造は押出方向に対して垂直な平面に配置される。使用時、形成される各チャネルは、一の端部又は他の端部が封鎖される。一の面において、チャネルは、交互に封鎖される。湿潤セラミック生素地体は、閉鎖又は封鎖されたチャネル又は流路を有さないことが好ましい。本発明の実施にあたり、多孔質セラミックハニカム、ならびに封鎖物（なお、封鎖物は、ハニカムと同じセラミックであっても別のセラミックであってもよく、また、単にハニカムの仕切り壁を圧迫してチャネルを封鎖したものでよい）は、任意の適切なセラミック又はセラミックの組み合わせであってよい。

10

【0018】

好適な実施形態において、湿潤セラミック生素地体は、フロースルー型フィルタとして利用されるよう成形される。プロセスのこの段階で、湿潤セラミック生素地体は、略平坦な2つの対向面を有する。湿潤セラミック生素地体の断面形状は、上記2つの対向面に平行なすべての平面について同じである。断面形状は、用途に適切な任意の形状であってよく、不規則形状であっても、円、楕円、多角形等の周知の形状であってもよい。断面形状は、セラミック体を支持可能な平坦表面を有することが好ましい。好ましくは、断面形状は多角形である。一の好適な実施形態において、形状は矩形又は正方形である。形状が不規則形状の場合、少なくとも一の直線状経路、又は平板な一の表面を有し、湿潤セラミック体が、該直線状経路又は平板表面を向けて、搬送体上に配置可能であるようにする必要がある。湿潤セラミック生素地体は、一の対抗面から他の対向面に向かって延びる複数の壁を有する。該壁は、一の対抗面から他の対向面に向かって延びる複数の流路を形成する。この段階においては、全ての流路が両対向面に対して開通されていることが好ましい。これにより、液状キャリアの除去がより効率的に行える。

20

【0019】

続いて、湿潤セラミック生素地体は、液状キャリアを除去する条件下に置かれる、つまり湿潤セラミック生素地体は乾燥される。湿潤セラミック生素地体は、搬送構造体に載置され、液状キャリア除去条件下に置かれる。搬送構造体は、液状キャリア除去プロセス中に、湿潤セラミック生素地体を支持する機能を果たす。更に、搬送構造体は、搬送構造体と接触する湿潤セラミック生素地体の一部が変型（直線状経路又は平坦表面の反りを増加させる、又は平坦表面が完全に平坦な構造から逸脱する）するのを防ぐ機能と、一種以上の乾燥流体を、搬送構造体と接触する湿潤セラミック生素地体の一部に接触させる機能と、湿潤セラミック生素地体から除去される液状キャリアが、該湿潤セラミック生素地体から離れるようにする機能と、のうち1以上の機能を果たす。

30

【0020】

一の実施形態において、搬送構造体（搬送体）は1以上の搬送シートで構成される。別の実施形態において、搬送構造体は1以上の搬送シートと1以上の支持シートを含む。搬送構造体は、液状キャリア除去プロセス中に、湿潤セラミック生素地体を支持する機能を果たす。搬送シートは1つのみ用いることが好ましい。上記1以上の支持構造は、液状キャリア除去プロセスの間、湿潤セラミック体が元の形状を維持し、もしくは所望の形状に適合し、それ以上変形しないような方法で搬送シートを支持するよう機能する。上記1以上の支持構造は、乾燥流体と湿潤セラミック生素地体との接触を促す機能と、液状キャリアの、セラミック生素地体から離れる方向の流れを促す機能と、のうち1以上の追加機能を果たす。好ましくは、搬送構造体は1つの支持構造を含む。「元の形状を維持」又は「変形しない」とは、湿潤セラミック生素地体の形状が、所望の形状に適合する以外には変化せず、搬送構造体と接触する湿潤セラミック体の一部が略平坦又は略直線状を維持することを意味する。好ましい搬送シートは、いずれも参照により本明細書に援用される、共有かつ同時係属中の2011年6月22日出願の第13/166,298号、及び、20

40

50

11年6月22日出願のPCT国際出願PCT/US/11/41410号「DRYING METHOD FOR CERAMIC GREENWARE」に記載されている。セラミック体が平坦表面を有さない実施形態においては、搬送シートはセラミック体の形状を支持するような形を有してよく、つまり、該搬送シートに接触するセラミック体の部分に合致する断面形状を有してよい。湿潤セラミック生素地体から液状キャリアを除去する本発明の方法は、湿潤セラミック生素地体を搬送構造体に載置する手順と、搬送構造体上の湿潤セラミック生素地体を、湿潤セラミック生素地体から液状キャリアが実質的に除去される条件下の炉に入れる手順とを含む。

【0021】

本方法では、湿潤セラミック生素地体からの液状キャリアの除去に有用な任意の炉を用いてよい。本発明で有用な炉としては、対流炉、赤外線炉、マイクロ波炉、高周波炉等が挙げられる。より好ましい実施形態においては、マイクロ波路が用いられる。搬送構造体上の湿潤セラミック体は、液状キャリアがセラミック生素地体から実質的に除去されるのに十分な時間、炉に入れ、その後炉から取り出してよい。搬送構造体上の湿潤セラミック体は、手作業で炉に入れ、炉から取り出してよい。また、搬送構造体上の湿潤セラミック体は、自動的に炉に入れ、炉を通過させ、炉から取り出してよい。部品を炉に入れ、部品を炉から取り出す、任意の自動化手段を用いてよい。このような手段は、公知の手段である。好ましい実施形態において、搬送構造体上の湿潤セラミック体は、コンベアに載置され、コンベア上の1以上の炉を通過する。搬送構造体上の湿潤セラミック体が上記1以上の炉内に滞在する時間は、上記1以上の炉の条件下で液状キャリアが実質的に除去されるよう設定される。滞在時間は、その他全ての条件、湿潤セラミック生素地構造体の寸法、及び除去する液状キャリアの量に依存する。炉内で、搬送構造体上の湿潤セラミック体が曝露される温度は、湿潤セラミック体からの液状キャリアの除去を促すよう選択される。好ましくは、温度は液状キャリアの沸点よりも高く、搬送構造体を構成する材料の軟化点及びいずれかのセラミック前駆体が分解する温度よりも低い。炉内で、搬送構造体上の湿潤セラミック体が曝露される温度は、好ましくは約60℃以上、より好ましくは約80℃以上、最も好ましくは約100℃以上である。炉内で、搬送構造体上の湿潤セラミック体が曝露される温度は、好ましくは約120℃以下、最も好ましくは約110℃以下である。湿潤セラミック体からの液状キャリアの除去を促すため、炉内の湿潤セラミック生素地体を乾燥流体と接触させるか、又は炉に減圧を施すことが好ましい。湿潤セラミック生素地体を乾燥流体と接触させることが好ましい。湿潤セラミック生素地体がフロースルー型フィルタの前駆体として成形され、かつ、湿潤セラミック生素地体の流路が一の端部で封鎖されていない実施形態においては、湿潤セラミック生素地体の該流路に乾燥流体を通過させることが好ましい。流路を搬送構造体に配置する際に、乾燥流体が該流路と同じ方向に流れるよう方向付けることで、これを容易にすることができる。湿潤セラミック生素地体が平坦かつ平板な側面を有し、湿潤セラミック生素地体が該平坦かつ平板な側面において搬送構造体に配置される場合、乾燥流体の流れは、湿潤セラミック生素地体の流路を通過するように方向付けられる。搬送構造体上の湿潤セラミック生素地体がコンベア上の1以上の炉を通過する実施形態においては、湿潤セラミック生素地体の流路に乾燥流体を通過させるために、流路がコンベアの方を横断する方向となり、乾燥流体がコンベアの方を横断する方向に通過するような形で、湿潤セラミック生素地体が配置される。セラミック生素地体の一の面が搬送構造体に配置される場合、乾燥流体がセラミック生素地体の流路に流入して通過するよう、乾燥流体は搬送構造体を通過して湿潤セラミック生素地体の方向に上昇するように方向付けられる。乾燥流体は、湿潤セラミック生素地体の近傍からの液状キャリアの除去を促す任意の流体であればよい。好ましくは、乾燥流体は気体である。好ましい気体としては、空気、酸素、窒素、二酸化炭素、不活性ガス等が挙げられる。最も好ましくは、乾燥流体は空気である。乾燥流体は、湿潤セラミック生素地体と接触した後、乾燥流体に取り込まれた液状キャリアと共に、湿潤セラミック生素地体の近傍から除去される。乾燥流体の流れは、ポンプ、ブLOWER等、乾燥流体の移動を促す任意の手段を用いて生成してよい。乾燥流体の流速は、湿潤セラミック生素地体の近傍からの液

10

20

30

40

50

状キャリアの除去を促すように選択される。セラミック部品の乾燥におけるその他の重要なパラメータ、つまり本発明の搬送プレートによって提供される効果は、2周波数制のマイクロ波出力(2.45GHz及び915MHz)、これらの周波数における変動型反射電力(約0%~約100%)、約0%~約100%の範囲で変動可能な相対湿度、約0.01時間~約10時間の範囲で変動可能な断続炉内又はベルト駆動式連続炉内の滞在時間、及び約50~約150の範囲内の最大部品温度である。

【0022】

湿潤セラミック生素地体からの液状キャリアの除去後、セラミック生素地体はセラミック体への変換のための準備を行い、セラミック体に変換可能である。セラミック生素地体は、結合剤を焼却してセラミック構造体を形成する条件に曝露される。これを達成する方法は公知である。乾燥されたセラミック生素地部品は、有機添加物及び結合剤が蒸発又は燃焼する温度まで熱することで、焼成される。部品は、セラミック粒子が融合又は焼結するか、又は後に融合する新しい粒子を形成する温度まで更に加熱される。このような方法は、参照により本明細書に援用される米国特許第4,329,162号、第4,471,792号、第4,001,028号、第4,162,285号、第3,899,326号、第4,786,542号、第4,837,943号、及び第5,538,681号を含む、数多くの特許及び公開参考文献に記載されている。

【0023】

好ましい実施形態では、作製されるセラミック体は針状ムライトである。本実施形態では、フッ素を有する雰囲気、かつムライト組成物を形成するのに十分な温度で多孔質の生形状を加熱してよい。フッ素は気体雰囲気中で、 SiF_4 、 AlF_3 、 HF 、 Na_2 、 SiF_6 、 NaF 、 NH_4F 等のフッ素源から供給されてよい。好ましくは、フッ素源は SiF_4 である。乾燥された生素地は、別途供給されるフッ素含有気体を有する雰囲気内で、ムライト組成物を形成するのに十分な温度まで加熱されてよい。「別途供給される」とは、フッ素含有気体が混合物内の前駆体(例えば AlF_3)から供給されるのではなく、外部の気体源から、混合物を過熱する炉内に供給されることを意味する。この気体は、 SiF_4 を含有する気体であることが好ましい。セラミック部品は、暫くの間、多孔体内の前駆組成物をフルオロトパーズに変換するのに十分な時間にわたって第一の温度に加熱され、その後ムライト組成物を形成するのに十分な第二の温度に昇温される。ムライト形成を確実にを行うため、第一の温度と第二の温度との間を循環させてもよい。第一の温度は、約500~約950であってよい。第二の温度は、 SiF_4 の分圧等の変数に応じた任意の適切な温度であってよい。通常、第二の温度は1000以上であり、1700以下である。通常、第一の温度への加熱中、最低でも500までは、雰囲気は不活性又は真空であり、ここで、別途供給されるフッ素含有気体が好適に導入される。未処理のムライト体は、空気、水蒸気、酸素、不活性ガス、及びこれらの混合物から成る群から選択される熱処理雰囲気中で、950以上の熱処理温度で、ムライト組成物の形成に十分な時間にわたって加熱される。不活性ガスの例としては、窒素及び希ガス(He 、 Ar 、 Ne 、 Kr 、 Xe 、 Rn)が挙げられる。好ましくは、熱処理雰囲気は不活性ガス、空気、水蒸気、又はこれらの混合物である。より好ましくは、熱処理雰囲気は窒素、空気、又は水蒸気を含む空気である。熱処理温度における時間は、熱処理雰囲気と選択された温度とに依存する。例えば、湿り空気(40で水蒸気で飽和された空気)中での熱処理では、通常、1000で数時間~48時間以上が必要となる。一方、外気、乾き空気、窒素(室温で相対湿度が20~80%である空気)は、1400で2時間以上加熱することが望ましい。通常、熱処理温度における時間は、約0.5時間以上であり、用いられる温度に依存する(一般的には温度が高いほど時間は短くなる)。熱処理温度における時間は、1時間以上、好ましくは2時間以上、より好ましくは4時間以上、更に好ましくは6時間以上、最も好ましくは8時間以上であり、好ましくは4日以下、より好ましくは3日以下、更に好ましくは2.5日以下、最も好ましくは2日以下である。

【0024】

上述のとおり、セラミック部品の形成は、セラミック部品を支持するのに適した表面、

10

20

30

40

50

例えば平坦表面、を有する搬送体にセラミック部品を載置する手順と、上述の手順を行うよう構成された1以上の炉に、搬送体上のセラミック部品を順に入れる手順を含む。これは、平板表面を有し、該平板表面が部品を支持するのに十分な面積を持つようなセラミック生素地部品に適用される。もしくは、本プロセスは、反りを有し得る1以上の直線状経路を有する部品、例えば円形、楕円形、又は不規則形状の断面形状を有する部品に適用される。本プロセスは、他のセラミック部品の平板側面と結合可能な平板側面を含む同一形状を有するセラミック部品に特に有用である。好ましくは、部品は、全ての側面が比較的平板な多角形の断面形状を有する。より好ましい実施形態において、セラミック生素地及び最終的なセラミック部品は、正方形又は矩形形状を有する。最終的なセラミック部品は、無機セメントを用いて他の部品に接着可能であることが好ましい。多数の部品を接着して所望の寸法、通常は所望の断面形状の部品を構成してよい。生素地部品と最終的なセラミック部品の一つ一つは、しばしばセグメントと呼ばれる。

10

【0025】

生素地部品又はセラミック部品は、1以上の参照マークを付される。このマークは、セラミック部品形成の残りの製造過程において参照側面(表面)が識別可能となるような任意の方法で付与されてよい。参照マークは、手動で付与しても自動で付与してもよい。製造過程に部品が追跡可能となるよう、参照マークは各部品に一意であることが好ましい。一意な参照マークが部品の一の表面にスタンプされることが好ましい。参照マークは、押出成形又は乾燥の後に付与されることが好ましい。

【0026】

20

乾燥手順と参照マークの付与(どのような順番で行われてもよい)の後、外表面の1以上の直線状経路又は平板表面が、反り又は平坦度について検査される。平坦度について検査とは、表面がどれだけ平坦であるかといった、部品の形状を検査するための工程を表面に対して行うことを意味する。セラミック体の表面のマッピングを作成することが好ましい。表面は、多数の点の位置を決定することにより部品の形状、例えば表面又は表面上の直線状経路の形状、を定義できる、及び/又は部品の形状のマッピングを作成できる、任意の検査技術で検査されてよい。測定及び/又はマッピングの作成は、手動で行っても自動で行ってもよい。また、平坦表面を持たない部品は、部品上の複数の直線状経路を同様に検査されてよい。測定データは、形状、例えば部品の1以上の表面又は直線状経路、のマッピングを作成可能なコンピュータプログラムに入力されることが好ましい。平板表面等の全ての表面、又は複数の直線状経路がマッピングされることが好ましい。複数の直線状経路がマッピングされる場合、十分な数の直線状経路をマッピングして、凸状の最大の反りを有する直線状経路がどこにあるかについて情報を提供する。このようなマッピングを作成可能なソフトウェアプログラムは、CMM Products LLC製のCalypsoのように、市販されている。データは、部品の形状の測定、及び/又は部品の形状、セラミック部品の平板表面及び/又は直線状経路のマッピングが可能な任意の手段で収集される。例えば、データはレーザー、スタイラス等で収集されてよい。物体形状、表面の平坦度、又は物体上の直線状経路の真直度の正確な測定、及び/又は、物体や各平板表面の形状、又は測定された物体の直線状経路の真直度の正確なマッピング、を提供するのに十分な数の点において、データが収集及び記録される。一の実施形態においては、好ましくは物体の各表面について、表面上の複数の直線状経路に沿ってデータが収集される。好ましくは、互いに垂直である2組の直線状経路が用いられる。好ましくは、各組の直線状経路は互いに平行な複数の直線を有する。物体の形状の正確なマッピングを提供するために、十分な数の直線状経路に沿ってデータが収集される。好ましくは、各方向において、3本以上の直線状経路に沿ってデータが収集される。各方向の直線状経路の数の上限は、実数的な数であり、好ましい実数的上限は、物体の寸法及び線間の距離により決定される。一の実施形態において、直線状経路の数の実数的上限は10以下である。好ましくは、直線状経路の間の距離は、約1mm以上であり、最も好ましくは、2mm以上である。好ましくは、直線状経路の間の距離は、約10mm以下であり、最も好ましくは、5mm以下である。側面(表面)の反り又は平坦度、又は直線状経路の配向の決定、及び/又

30

40

50

は、物体、各表面、及び／又は直線状経路の形状のマッピング、を容易にするため、直線状経路上の多数の点が記録される。点の数と、点の間の距離とは、物体の形状、表面の平坦度、直線状経路の配向の決定、及び／又は、検査される物体、表面、及び／又は直線状経路の形状の正確なマッピングを容易にするよう選択される。好ましくは、直線状経路上の点の間の距離は約 1 mm 以上、最も好ましくは 2 mm 以上である。好ましくは、直線状経路上の点の間の距離は約 10 mm 以下、最も好ましくは 5 mm 以下である。直線状経路に沿った反り、又は表面の平坦度の決定、及び／又はマッピングは、セラミック部品作成におけるいずれの手順又は手順の組み合わせの後に行ってもよい。好ましくは、マッピングは押出成形又は乾燥手順の後に行われる。また、品質管理手順として、最終製品の表面又は側面をマッピングすることにより、本発明の方法の成功を確認することも有益である。

10

【 0 0 2 7 】

データが収集された後、及び／又は、物体、直線状経路、及び／又は平坦表面の形状のマッピングが用意された後、データ及び／又はマッピングを検査して反り又は平坦度が求められる。平坦度は、表面がいかに完全な平面に近いかを決定することである。関連部分を参照により本明細書に援用する米国特許第 7, 879, 428 号に記載の J I S B 0 6 2 1 - 1 9 8 4 を含め、相対的平坦度を決定する公知の方法が存在する。通常、平坦度は 2 つの平行な平面を定義することで測定される。第一の平面は、ハニカムセグメントの一面のうち、ハニカムセグメントの中心に対して最も内側の表面により定義され（測定点の最小二乗適合平面）、第二の平面は、ハニカムセグメントの同じ面のうち最も外側の表面により定義される。これらの平面の間の距離が平坦度とされる。平坦度の数値は小さいほど良いとされる。実際には、複数のデータ点（例えば、 x 、 y 、 z ）をとって表面をマッピングし、点の集団に基づいて最小二乗適合平面を算出する。平面は互いに平行として算出され、平面の配向は、表面全体の最も近い近似配向に基づく。これらの平面の間の距離が平坦度とされる。完全に平坦な表面の平坦度は 0 である。つまり、数値が大きくなるほど、完全に平坦な表面から逸脱していることを示す。表面の平坦度は、隣接したセラミック部品の 2 つの表面の間で、最低限の厚みの接着剤によって効果的な接着が可能となるものであることが好ましい。実際的に、平坦度は、好ましくは約 3 . 0 mm 以下、より好ましくは 2 . 5 mm 以下、最も好ましくは 1 . 5 mm 以下である。

20

【 0 0 2 8 】

続いて、物体、例えば平坦表面又は直線状経路、の形状について計測されたデータ、又はマッピングを検査する。計測された表面又は直線状経路それぞれについて反りが決定され、該表面又は直線状経路それぞれの相対曲率が決定される。凹状の平面、及び凸状の表面が決定される。物体、直線状経路、又は表面について収集したデータ又はマッピングに基づいて表面（直線）側の反りを求めるソフトウェアが利用可能である。このようなソフトウェアパッケージの例としては、マッピングデータを V i s u a l B a s i c アルゴリズム、外観検査、定盤等に入力することが挙げられる。押出成形及び／又は乾燥に続く処理において、1 以上の部品、好ましくは全ての部品、の直線状経路及び／又は表面のうち、凸形状を有するものが識別される。セラミック部品のその後の処理は、1 以上の部品、好ましくは全ての部品、の凸形状を有する直線状経路及び／又は表面を、後続の各手順で用いられる搬送体に直接載置することで行われる。凸形状を有する部品の表面又は直線状経路は、搬送体に載置されたとき、一点において該搬送体に接触することが好ましい。後続の処理中、凸状の直線状経路又は表面を下にして、又はこれが接触するように、搬送体表面に配置されることで、凸形状を有する部品の数が減少することが判明している。押出処理又は乾燥後、追加の処理の前に、凸状の直線状経路又は表面を、これを下にして搬送体上に載置した場合の反り又は平坦度の数値に比べて、最終的な処理の後、はるかに高い割合の部品において、反り又は平坦度の数値が減少することが判明している。直線状経路又は表面に許容不可能な反りを有する部品の数は、好ましくは 5 %、より好ましくは 10 %、最も好ましくは 20 % 減少される。平坦度の向上、つまり平坦度の数値の減少は、側面を他の部品の側面に接着する際の接着剤層を薄くすることにつながる。セグ

30

40

50

メント化されたセラミック製物体において、より薄い接着剤層は、背圧の低下と、熱堅牢性能の向上をもたらす。

【 0 0 2 9 】

セラミック部品の処理が完了した後、いずれも参照により本明細書に援用される米国特許公開第 2 0 0 9 / 0 2 3 9 0 3 0 9 号、米国特許公開第 2 0 0 8 / 0 2 7 1 4 2 2 号、米国第 5 , 9 1 4 , 1 8 7 号、米国第 6 , 6 6 9 , 7 5 1 号、米国第 7 , 8 7 9 , 4 2 8 号、米国第 7 , 3 9 6 , 5 7 6 号に記載されるような公知の方法で 2 以上の部品を互いに接着してよい。用いられる接着剤セメントは、本明細書で引用する特許及び特許公開に記載されるものを含む、この用途において公知の任意の接着剤であってよい。好ましい実施形態において、セラミック部品は 2 以上のより小さなセラミック部品（ハニカム）を、無機繊維と結合相とからなるセメントによって互いに接着してなり、より小さな部品と繊維とは、非結晶ケイ酸塩、アルミン酸塩、又はアルミノ - ケイ酸塩のセラミック結合剤を含む結合相によって接着される、セラミック部品である。セラミック構造体を形成する方法であって、第一のセラミックセグメントを、その 1 以上の外側面（表面）において、平均長 1 0 0 μ m ~ 1 0 0 0 μ m の無機繊維と、キャリア流体と、コロイド状無機ゾルと、からなり、その他の無機粒子を含まないセメントであって、該繊維の固体含量がセメントの総体積に対し約 1 0 体積 % 以上であるセメントに接触させる手順と、セメントをセラミックセグメント間に介在させることでセラミックセグメントが互いに接着されるように、第二のセラミックセグメントを第一のセラミックセグメントに機械的に接触させる手順と、セメントの繊維とセラミックセグメントとの間に非結晶セラミックボンドを形成し、より大きなセラミック構造体（配列）を形成するために、接着されたセグメントを十分に加熱する手順と、を含む方法。単一又は複数のセグメントの外側面がセメントと接触させられた後、複数のセグメントは、任意の適切な方法で、セグメント間に介在するセメントと接触させられる。例示として、セグメントが正方形の断面形状を有する場合、セグメントを雛形で保持し、セグメント間の隙間にセメントを施工又は注入してよい。セグメントは、例えば角を斜平面にはめ込んだり、この第一の正方形を基に所望のパターンを組み上げたりするなど、所望の外側面にセメントを適用される。セグメントの第一層が等距離の間隔を有し、それによりセメント層の厚さがより均一となるよう、必要に応じて斜平面に埋め込みのスペーサーを設けてもよい。もしくは、平坦な側面を向けてセグメントを載置し、レンガ積みと同様に組み上げても良い。セグメントが接着されると、加熱、又は任意の適切な方法によりキャリア流体が除去される。任意の適切な方法には、単純な雰囲気温度での蒸発や、公知の方法等の任意のその他の有用な方法が含まれる。除去は、繊維とセグメントとの非結晶ボンド形成の為に加熱中にも生じてよい。加熱は、セグメントやセメント内の有機添加剤を除去するために行ってもよい。この加熱は、公知の方法等の任意の方法で行ってよく、繊維とセグメントとの非結晶ボンドの形成のための加熱中にも生じてよい。非結晶ボンド相を形成するための加熱では、ハニカム構造の性能に悪影響を及ぼす程に、繊維（所望される場合を除く）又は非結晶ボンド相で結晶化が生じたり、ハニカム構造の垂れ下がり、又はガラスボンド相の移行が生じたりする程の高温であってはならない。典型的に、温度は約 6 0 0 以上、約 1 2 0 0 以下である。部品を接着して配列を形成した後、研削、切断、研磨等の任意の公知の方法でセグメント化された部品の外側面を成形してもよい。成形後、固体側面（皮膜）を形成するために、外側面をセラミック前駆体で被覆した後、該被覆体をセラミックコーティングに変換する条件に部品を曝露する。

【 0 0 3 0 】

好ましい実施形態において、セラミック前駆体とセラミックセグメントは、本明細書においてマッピング及び測定される構造体の表面又は直線状経路に対して垂直な平面においてハニカム構造を有する。構造を貫通するチャンネルは、マッピングされた直線状経路又は表面に対して平行であることが好ましい。他の好ましい実施形態において、一つおきのチャンネルは両端において封鎖されており、各チャンネルは片方の端部においてのみ封鎖されている。本方法が用いられるセラミック部品の一例は、壁面流フィルタである。壁面流フィルタは一般的に、2 つの対向面と、一の対向面から他の対向面に向かって延びるチャンネル

10

20

30

40

50

又は流路と、を有する構造である。一の実施形態において、チャンネル又は流路の一つおきの開口は一の端部で封鎖されており、その他の開口は他の端部で封鎖されている。つまり、全てのチャンネルについて、隣接するチャンネルは、互いに逆側の端部で封鎖されている。この構造の実用上の重要性は、フィルタの一の面に流体が導入されると、流体は必ず該面の開放チャンネルに流入し、チャンネル間の壁を通過して隣接するチャンネルに入り、逆側の面にある出口に達して流出する点である。壁の細孔よりも大きな固体粒子などの材料は、流体から濾過され、チャンネルの壁の導入側で保持される。好ましい実施形態において、セグメントの断面積は約 5 ~ 20 平方インチであり、長さは約 3 ~ 20 インチである。

【0031】

セラミック部品は、セラミックハニカムが有用である全ての用途、例えば粒子フィルタ（例：ディーゼル粒子フィルタ）、流路の触媒分岐（触媒コンバータ）に用いることができる。

【実施例】

【0032】

以下に記載する実施例は本発明の説明を目的とするものであり、本発明の範囲を限定しようとするものではない。特に記載がない限り、全ての部及び%は重量部及び重量%である。

【0033】

針状ムライトのセグメントの寸法特徴を定量化するために、図 1 に図示するとおり、3 . 2 インチ x 3 . 2 インチ x 12 . 5 インチのセグメントを恒常的に支持する 6 点固定システムを構成した。3 本の柱 17（A データム）はセグメント 16 の底部を支持し、2 本の柱（B データム）20 及びクリップ 22 は背側面 11 を支持し、1 本の柱（C データム）21 は前面 15 を拘束して開始点を定義する。図 1 には、セグメントの側面（表面）を測定するためのスタイラス 19 を有するツァイス座標測定機（CMM）18 が図示されている。

【0034】

押出成形及び乾燥の完了後、図 2 に示すとおり、部品 10 の特定の配向を示すマーク 23 が、押出成形品の上側面（表面）13 に付される。さらに、文字の配向が、他の側面及び面についての詳細をそれぞれ示す。例えば、左手側の端部は前面 15 として扱われ、右手側の端部は背面 12 として扱われる。まず、セグメント 16 の底面が、A データム平面を構成する 3 本の低い柱 17 に載置され、続いて、B データム平面を構成する後部の 2 本の柱 20 によってそれ以上の横移動が制限されるまで、セグメントの背側面 11 を移動する。その後、C データム平面を構成する前方の柱 21 に前面 15 が接触してそれ以上の前方移動が制限されると、セグメント 10 はその位置でクリップ 22 によって固定される。続いて、接触スタイラス 19 がツァイス座標測定機（CMM）18 に固定され、図 3 に示すように、専用プログラムが実行されてセグメントの各側面の長さ方向に沿って 3 つの軸方向走査 24 が行われ、各側面で、前方、中間、終端の 3 つの横断走査 25 がそれぞれ行われる。12 mm の開始点から 292 mm の終了点まで、セグメントの側面に沿って、過渡的な軸方向走査データ（x、y、z）が 5 mm ごとに記録され、セグメントの側面に沿って、過渡的な横断走査データが 1 mm ごとに記録される。過渡的な軸方向走査データは、固定座標系を用いて生成する。つまり、互いに垂直な 3 つの平面が決定され、セラミック部品の表面寸法を報告する基準となる平坦な平面を定義する。図 6 は、本発明の固定システムを用いて固定座標系を定義する方法を示す図である。具体的には、柱 17 の頂部は、一次データム平面 32（データム A）を定義する。一次データム平面と関連して、柱 20 が二次データム平面 33（データム B）を定義する。一次データム平面と、二次データム平面と、柱 21 とに関連して、三次データム平面 34（データム C）が定義される。プロセッサに接続されたスタイラスシステムを用いて計測を行う際、スタイラスは複数の柱の接触点に接触し、空間内のこれらの点を記録することで、3 つの基準平面を定義する。3 つの平面の交点は、基準点 39 とされ、これを基準に x、y、z 座標が計測される（矢印 36（x）、37（y）、38（z）参照）。セラミックセグメントの過渡位置は、こ

10

20

30

40

50

これらの平面と基準点を基準に測定される。CMM走査が完了すると、次のプロトコルを用いて、各過渡的な軸方向走査についてセグメントの長さ方向の反りが算出される。：
過渡的な（x、y、z）データはMicrosoft Excelのスプレッドシートのタブに入力され、追加で「XACT²」のデータ列が含まれる。続いて、「ツール/分析ツール/回帰分析」メニューで、次のように二次多項回帰を行う。：

入力Y範囲（1列のデータ）：前面と後面に対するYACT；上側面と底側面に対するZACT；

入力X範囲（2列のデータ）：XACT 及び XACT²；

「OK」をクリック。

X Variable 2係数から反りの形状を決定：

X Variable 2 > 0 凸状；

X Variable 2 < 0 凹状。

注：2回微分可能な関数fの場合、二次導関数f''(x)が正である場合、曲面は凸状である。f''(x)が負である場合、局面は凹状である。

「基準線」の終点を求める：

凸である場合：

157 XACT 292の範囲内で、応答が最大となるXACT_{MAX}点を定義する；

勾配mが最大となるXACT_{MIN}点を定義する； $m = [Y(X) - Y_{XACT, MAX}] / [XACT_{MAX} - X]$ ；

凹である場合：

157 XACT 292の範囲内で、応答が最小となるXACT_{MAX}点を定義する；

勾配mが最小となるXACT_{MIN}点を定義する； $m = [Y(X) - Y_{XACT, MAX}] / [XACT_{MAX} - X]$

「側面（表面）テーブル」の基準線の式を決定する $Y_{REF} = m * x + B$

凸である場合：

$$Y_{REF} = Y @ X_{ACT MIN} - m \cdot (X - X_{ACT MIN})$$

凹である場合：

$$Y_{REF} = m \cdot (X_{ACT MIN} - X) + Y @ X_{ACT MIN}$$

次の一連の式で軸方向の反りを求める：

凸である場合：軸方向の反り = MIN[Y - Y_{REF}]

凹である場合：軸方向の反り = MAX[Y - Y_{REF}]。

ACMセグメントの上側の側面（表面）のオーバーレイCMMデータを使ったこの計算方法の代表的な例を図4に示す。終点26、側面（表面）テーブルの基準線27、及び軸方向の反り28が示されている。式（1）に示される、3つの軸方向反り（Axial Bow）の計算の平均から、セグメントの各側面について、平均軸方向反りMAB（Mean Axial Bow）が求められる。

【数1】

$$MAB = \frac{\sum_{n=1}^3 AxialBow_n}{3} \quad (1)$$

約200個の3.2×3.2×12.5インチの生素地セグメントについて、CMM寸法測定を行う。用意されたセグメントのうち50個が、セグメントの1以上の側面においてABS（MAB）> 1を示している。さらに、上述の測定アルゴリズムによって、セグメントの側面の機能としての反りの種類が、凹状か凸状かについて調べる。部品の配向が焼成後の寸法に及ぼす影響を確認するために、これら50個の隔離したセグメントを、入

念な制御下の焼成、又は脱バインダ実験の対象とした。

【 0 0 3 5 】

その後、図 5 に示す、側面（表面）の焼成ラック上への特別な配置のために隔離したセグメントを 3 つの集団に分ける。採用した配向は、凹状の側面（表面）が下向きの配向 2 9 と、凸状の側面（表面）が下向きの配向 3 0 と、反りが引力に直交する配向 3 1 と、の 3 通りである。続いて、次の手順でセグメントを焼成する。手順 I : 2 5 K / 時で室温から 2 0 0 に昇温する手順。部品内の急な温度勾配を避けるための低速加熱。

【 0 0 3 6 】

手順 I I : 7 K / 時で 2 0 0 から 3 5 0 に昇温する手順。有機成分を除去する臨界脱バインダ相が生じ、この放熱反応が部品の中心に強い加熱をもたらすため、きわめて低速な加熱。緩やかな温度勾配は亀裂の発生を防止する。手順 I 及び I I の間、酸素を 3 % 含む窒素雰囲気最大流量で供給される。手順 I I I : 2 5 K / 時で 3 5 0 から 5 0 0 、 3 0 K / 時で 5 0 0 から 6 0 0 、 3 5 K / 時で 6 0 0 から 1 0 8 0 に昇温する手順。脱バインダー相の完成：孔径と粒径の増大をはじめとする、原料の第一の固体化学反応を誘発する熱処理に起因する窒素と酸素の流れを停止する。手順 I V : 最終焼成温度を 2 時間維持し、孔径と粒径を増大させる。手順 V : 複数の負の傾斜率を適用することで、1 0 8 0 から室温へ冷却する。部品の制御された低速冷却によって、急な温度勾配や、それを原因とする亀裂の発生が防止される。焼成が完了すると、セグメントの C M M 寸法測定を行う。焼成されたセグメントについて、焼成前後の M A B の結果を表 1 にまとめた。

【 0 0 3 7 】

【表 1】

表 1

セグメント 番号	凹状側面が下向き		凸状側面が下向き		反りが引力に直交	
	生素地	焼成後	生素地	焼成後	生素地	焼成後
1	-1.1377	.	1.3653	1.0085	-1.04	-1.2359
2	-1.0768	-1.2095	1.5681	1.2103	-1.0371	-1.1596
3	-1.0994	-1.0667	1.0973	0.8767	-0.7908	.
4	-1.1269	.	1.4997	1.2646	-1.1361	-1.354
5	-1.1015	.	1.4523	.	-1.0038	.
6	-1.0557	.	1.3593	1.0172	-1.0427	-1.0329
7	-1.0247	-0.406	1.1409	0.8157	-1.0247	-1.045
8	-1.2041	-1.2752	1.2826	1.0491	-1.0657	-1.2189
9	-1.1383	-1.3279	1.6146	1.3954	-1.0326	-0.0877
10	-1.1612	0.0213	1.4764	1.1614	-1.1038	-1.286
11	-1.0806	-1.1884	1.4022	1.064	-1.0813	-0.8913
12	-1.2145	.	1.3256	0.994	-1.0267	-0.1588
13	-1.2205	-1.4144	1.2365	0.7891	-1.0064	-0.3357
14	-1.1556	-1.424	1.4012	1.0465	-0.7648	-0.8116
15	-1.075	-1.3357	1.1782	0.842	-1.017	-1.4148
16	-1.2162	-1.3504	1.2585	0.9417	-1.0178	.
17	-1.1361	-1.3217	1.0757	0.792	-1.04	-1.2359
平均	-1.13	-1.10	1.34	1.02	-1.01	-0.92

【 0 0 3 8 】

3 . 2 × 3 . 2 × 1 2 . 5 インチの A C M 生素地セグメントの M A B は、凹状の側面（表面）を下にして焼成ラックの側面（表面）に載置した場合、約 2 5 % 低減された。3 . 2 × 3 . 2 × 1 2 . 5 インチの A C M セグメントを、凸状の側面（表面）を下にして焼成ラックに載置した場合の、生素地から焼成後までの間の平坦度の改善を、表 2 にまとめた。

【 0 0 3 9 】

【表 2】

表 2

セグメント	凸状側面（表面）が下向き	
番号	生素地	焼成後
1	2.0619	1.6271
2	2.3344	1.7955
3	1.8724	1.1485
4	2.2791	1.921
5	2.2733	.
6	2.1551	2.5923
7	1.8206	2.1067
8	2.145	1.7976
9	2.2774	1.9965
10	2.0806	1.7198
11	2.0622	1.6808
12	2.1209	1.7028
13	1.9672	1.4268
14	2.092	1.5931
15	1.6074	1.22
16	1.823	1.3561
17	2.0063	1.3678
平均	2.06	1.69

10

20

30

【 0 0 4 0 】

本明細書で用いられる重量部は、言及されている特定の組成の 1 0 0 重量部を指す。ほとんどの場合、本発明の接着組成物を指す。以上、本発明の好ましい実施形態について説明した。ただし、当業者であれば、一部の変型が本発明の開示の範囲に包含されることが理解される。したがって、本発明の真の範囲及び内容を特定するためには、以下の特許請求の範囲が精査されるべきである。

【 0 0 4 1 】

上述の出願に記載されている全ての数値は、下限から上限までの間に 2 単位以上の開きがあることを前提として、下限から上限までの間の全ての値を、1 単位刻みで含む。一例として、成分の量、又は温度、圧力、時間等のプロセス変数の値が、例えば 1 ~ 9 0、好ましくは 2 0 ~ 8 0、より好ましくは 3 0 ~ 7 0、と記載されている場合、1 5 ~ 8 5、2 2 ~ 6 8、4 3 ~ 5 1、3 0 ~ 3 2 等の値が本明細書に明示的に列挙されていることを意味する。1 未満の値については、1 単位は、適宜、0 . 0 0 0 1、0 . 0 0 1、0 . 0 1、又は 0 . 1 とする。これらは具体的に意図されている内容の例示に過ぎず、列挙されている下限から上限の間に含まれる、考えうる全ての数値の組み合わせが、本出願に同様に明示されているものと見なす。特に記載がない限り、全ての数値範囲は、上下限と、その間に含まれる全ての数値を含む。数値範囲に「約」が用いられている場合、「約」は上下限の両方に適用される。したがって、「約 2 0 ~ 3 0」は「約 2 0 ~ 約 3 0」を意味し、少なくとも記載された上下限を含む。本明細書で用いられる重量部は、組成が 1 0 0 重量部を含むことを指す。組み合わせを記載する際の「主に...から構成される」という表記

40

50

は、記載されている要素、材料、成分、又は手順に加えて、組み合わせの基本的かつ新規な性質に実質的な影響を与えないその他の要素、材料、成分、又は手順を含むものとする。本明細書において、要素、材料、成分、又は手順の組み合わせを記載する際の「から成る」又は「含む」という表記は、主にその要素、材料、成分、又は手順から構成される実施形態をも含む。複数の要素、材料、成分、又は手順は、統合された単独の要素、材料、成分、又は手順として提供されてよい。もしくは、統合された単独の要素、材料、成分、又は手順は、複数の異なる要素、材料、成分、又は手順に分割されてもよい。要素、材料、成分、又は手順についての「a」又は「one」という記載は、その他の要素、材料、成分、又は手順を除外するものではない。

10

【図 1】

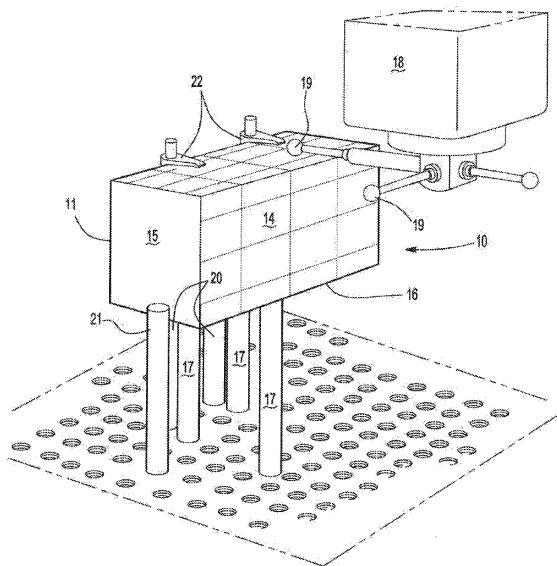


図 1

【図 2】

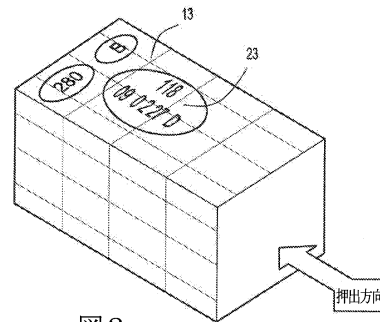


図 2

【図 3】

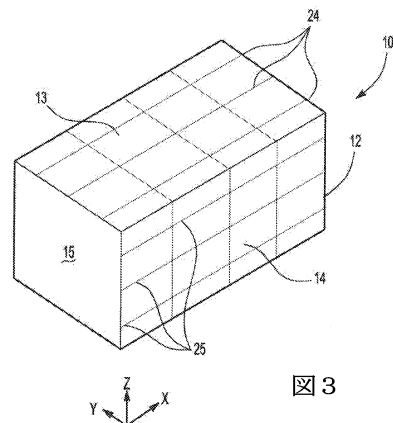


図 3

【 図 4 】

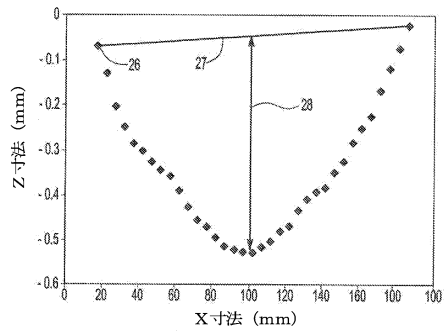


図 4

【 図 5 】

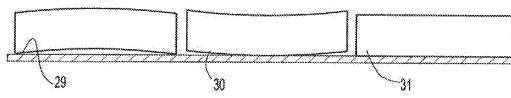


図 5

【 図 6 】

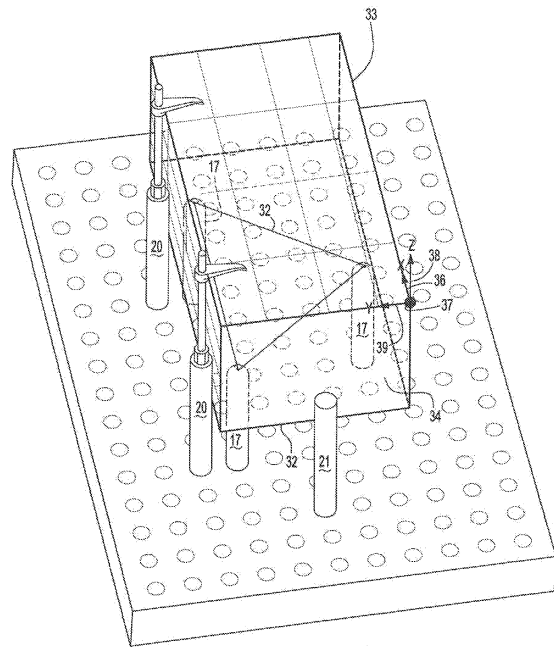


図 6

フロントページの続き

(72)発明者 ジョシュア・ロバート・ウェイバーン

アメリカ合衆国 ミシガン州 48612 ビーバートン イカボッド・トレイル 1625

審査官 小野 久子

(56)参考文献 特開2011-046607(JP,A)

国際公開第2006/137157(WO,A1)

特開2010-159184(JP,A)

特開2006-169056(JP,A)

特開平06-246720(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B28B 11/00 - 11/24

B28B 13/00

B28B 3/20 - 3/26

C04B 35/64 - 35/65

G01B 21/00 - 21/32