

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5869673号  
(P5869673)

(45) 発行日 平成28年2月24日 (2016. 2. 24)

(24) 登録日 平成28年1月15日 (2016. 1. 15)

(51) Int. Cl.

F 1

<b>B 2 3 K</b>	<b>3/06</b>	<b>(2006. 01)</b>	B 2 3 K	3/06	Q
<b>B 2 3 K</b>	<b>35/22</b>	<b>(2006. 01)</b>	B 2 3 K	35/22	3 1 0 A
<b>B 2 3 K</b>	<b>35/30</b>	<b>(2006. 01)</b>	B 2 3 K	35/30	3 1 0 D
<b>C 2 2 C</b>	<b>19/05</b>	<b>(2006. 01)</b>	C 2 2 C	19/05	B
<b>B 2 3 K</b>	<b>31/02</b>	<b>(2006. 01)</b>	B 2 3 K	3/06	E

請求項の数 17 (全 16 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2014-527460 (P2014-527460)  
 (86) (22) 出願日 平成23年9月5日 (2011. 9. 5)  
 (65) 公表番号 特表2014-531317 (P2014-531317A)  
 (43) 公表日 平成26年11月27日 (2014. 11. 27)  
 (86) 国際出願番号 PCT/CN2011/079322  
 (87) 国際公開番号 W02013/033881  
 (87) 国際公開日 平成25年3月14日 (2013. 3. 14)  
 審査請求日 平成26年9月3日 (2014. 9. 3)

(73) 特許権者 505470786  
 ビーエーエスエフ コーポレーション  
 アメリカ合衆国、ニュージャージー州、0  
 7932、フローラム パーク、パーク  
 アヴェニュー、100  
 (74) 代理人 100100354  
 弁理士 江藤 聡明  
 (72) 発明者 チュー, コンション  
 中国、541004 コワンシー、クイリ  
 ン、ハイ-テック アンド インダストリ  
 ー デベロッピング ゾーン、ツァン ロ  
 ワン ロード 18

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属ハニカムマトリックスにろう材を施す方法、金属ハニカムマトリックス、及びこれらの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

2つの開口端面を有し、金属ハウジング、並びに滑らかな金属シート及び波型の金属シートを重ねて巻回することで構成された金属ハニカムコアを含む金属ハニカムマトリックスにろう材を施す方法であって、

a) ろう材をペースト形態、すなわちはんだペーストの形態で金属ハニカムマトリックスの一方の端面に施す工程と、

c) 金属ハニカムマトリックス中にはんだペーストを分布させる工程と、

を有し、及び

工程 c) が、エアフローパーズにより行われ、該エアフローパーズは、圧縮空気を用以て行われることを特徴とする方法。

10

【請求項 2】

2つの開口端面を有し、金属ハウジング、並びに滑らかな金属シート及び波型の金属シートを重ねて巻回することで構成された金属ハニカムコアを含む金属ハニカムマトリックスにろう材を施す方法であって、

a) ろう材をペースト形態、すなわちはんだペーストの形態で金属ハニカムマトリックスの一方の端面に施す工程と、

c) 金属ハニカムマトリックス中にはんだペーストを分布させる工程と、

を有し、及び

工程 c) が、遠心分離により行われ、該遠心分離は、200~2000rpmの速度で

20

2 ~ 10 秒の間行われることを特徴とする方法。

【請求項 3】

2つの開口端面を有し、金属ハウジング、並びに滑らかな金属シート及び波型の金属シートを重ねて巻回することで構成された金属ハニカムコアを含む金属ハニカムマトリックスにろう材を施す方法であって、

a) ろう材をペースト形態、すなわちはんだペーストの形態で金属ハニカムマトリックスの一方の端面に施す工程と、

c) 金属ハニカムマトリックス中にはんだペーストを分布させる工程と、  
を有し、

さらに、工程 a) と工程 c) の間に、

b) 金属ハニカムマトリックスを起立した状態として、重力の作用により、はんだペーストが初めに施された一方の端面から他方の端面まで該はんだペーストを移動させる工程

を

を有することを特徴とする方法。

【請求項 4】

はんだペーストを、工程 a) において予め定められた量で施す請求項 1 ~ 3 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

はんだペーストを、工程 a) において、ブラシコーティング、ナイフコーティング、ウォッシュコーティング、若しくはスプレーコーティング等のコーティングにより施すか、又はディスペンサー若しくはグラウトポンプを用いて施す請求項 1 ~ 4 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 6】

はんだペーストを、工程 c) において、波型のシートと滑らかなシート及び / 又はこれらとハウジングの接触した結合部分に分布させる請求項 1 ~ 5 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

はんだペーストを、金属ハニカムマトリックスにおける予め定められた領域に存在させる請求項 1 ~ 6 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

エアフローパーズを、0.2 ~ 0.6 Mpa のゲージ圧の下で 2 ~ 10 秒間行う請求項 1、又は請求項 1 を引用する請求項 4 ~ 7 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

はんだペーストを、一の端部側に、弾頭状に、又は完全に分布された状態となるように分布させる請求項 1 ~ 8 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

さらに、工程 a) の前に金属ハニカムマトリックスを予備洗浄する工程を含む請求項 1 ~ 9 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

金属ハニカムマトリックスを、工程 b) において、1 ~ 30 分の間起立させた状態とする請求項 3、又は請求項 3 を引用する請求項 4 ~ 10 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】

金属ハニカムマトリックスを、工程 b) において、垂直又は斜めに置く請求項 3、又は請求項 3 を引用する請求項 4 ~ 11 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 13】

上記はんだペーストが、はんだ粉末及び接着剤を含み、15 ~ 60 質量%の固体含有率を有する請求項 1 ~ 12 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 14】

固体はんだペーストが、BNi-2、BNi-5、BNi-7、又は他のペースト状のろう材である請求項 1 ~ 13 の何れか 1 項に記載の方法。

10

20

30

40

50

## 【請求項 15】

2つの開口端面を有し、金属ハウジング、並びに滑らかな金属シート及び波型の金属シートを重ねて巻回することで構成された金属ハニカムコアを含む金属ハニカムマトリックスを製造する方法であって、

(1) 請求項 1 ~ 14 の何れか 1 項に記載の方法に従い、ろう材を金属ハニカムマトリックスに施す工程と、

(2) ろう材を含む金属ハニカムマトリックスをろう付けする工程と、を有する製造方法。

## 【請求項 16】

上記工程(2)を真空ろう付けにより行う請求項 15 に記載の製造方法。

10

## 【請求項 17】

真空ろう付けが、 $1 \times 10^{-3} \sim 2 \times 10^{-2}$  Pa の真空条件の下で、温度を 950 ~ 1200 に上昇させ、同温度を 10 ~ 30 分維持する工程を含む請求項 16 に記載の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

要約すると、本発明は、ろう材を金属ハニカムマトリックスに施すための方法、金属ハニカムマトリックスを製造する方法、及び金属ハニカムマトリックスに関する。

## 【背景技術】

20

## 【0002】

金属ハニカムマトリックスは、通常、車両の排気ガスシステムにおける触媒の基体として使用され、2つの開口端面を有するハウジングを備えており、しばしば円筒形状を呈し、ハウジング内においてハニカムコアを有する。ハニカムコアは、通常、滑らかな金属シートと波型の金属シートを積み重ねて巻回することで構成される。

## 【0003】

この滑らかな金属シート又は金属箔、及び波型の金属シート又は金属箔は、ハニカムコア及びハウジングとともに、ろう材を用いて真空ろう付け技術により相互に結合される。

## 【0004】

現在知られている技術として、ろう材を施す方法及び金属ハニカムマトリックスを形成する方法が種々開示されている。特許文献 1、2、3、及び 4 に記載されている方法では、接着剤とろう粉を別々に施す、すなわち、滑らかな金属シート又は金属箔及び波型の金属シート又は金属箔を屈曲させる前に接着剤を施し、この屈曲の後又はハニカムコアがハウジングに埋め込まれた後にろう粉を施す方法が記載されている。なお、このハニカムコアは、その後、接着剤により金属壁に固定される。しかし、このように接着剤とろう粉を別々に施す方法は、以下の欠点を有する。粉状ろう材料は、通常、接着剤に一樣に分布されないので、金属シート又は金属箔が、十分に硬く溶接されず、結果としてハニカムマトリックスの熱抵抗が小さくなる。さらに、これらの方法は、あまりにも多くの工程を有し、巻回後にサイジングすれば明らかなように、コンパクトではない巻回状態であり、後の溶接の品質に悪影響を与える。

30

40

## 【0005】

特許文献 5 には、滑らかな金属シート及び波型の金属シートを、初めに巻回して円筒形ハニカム要素を形成し、その後、好適な粘度を有するはんだ粉末及び結合剤からなるペーストを、ローラを用いて巻回されたハニカム要素の一方の端面又は両方の端面にはんだ付けするか、或いは巻回されたハニカム要素の一方の端面に予め定められた量のはんだをはんだ射出銃で射出する方法が開示されている。しかし、上記ローラははんだペーストをハニカム要素の端面に一樣に分布させることができるに過ぎず、ハニカム要素の中央領域には塗布されない。さらに、上記方法では、一樣にはんだペーストを塗布すること、及び所望の領域にペーストを塗布することが難しい。

## 【0006】

50

特許文献 6 には、相互に取り付けられた平坦なプレート及び波型プレートを有する排ガス浄化触媒用の金属ハニカムマトリックスが開示されている。この金属ハニカムは、初めにろう材ストリップを平坦プレート及び波型プレートの上面に配置し、上部はんだストリップ及び下部はんだストリップを相互に整列させ、その後、これらをハニカムコアに対して巻回するか、又は積み重ねることにより構成される。しかし、はんだストリップを使用することにもなう問題は、ろう材により被覆された領域がろう付けに全く使用されずに、ろう材の無駄が生じて、さらには、残留するろう材がマトリックス内におけるセル領域を減少させて、ガス流量を減少させ背圧を増加させることである。

【先行技術文献】

【特許文献】

10

【0007】

【特許文献 1】US 2001/0013390 A1

【特許文献 2】US 2004/0217149 A1

【特許文献 3】US 2005/0092779 A1

【特許文献 4】US 2007/0040004 A1

【特許文献 5】US 4521947

【特許文献 6】CN 2861504 Y

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

20

従って、現在知られている技術には技術的欠陥があり、金属ハニカムマトリックスに良好な熱抵抗特性を与えることができない。また、この技術では多くの工程を要し、ろう材の無駄やマトリックス内におけるセル領域の減少という欠点もある。

【0009】

これらの現在知られている技術の課題を克服するために、ハニカムマトリックスを簡易な製造する新たな方法が必要である。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明には、ろう材を金属ハニカムマトリックスに施す方法、金属ハニカムマトリックスを製造する方法、及び本発明の方法により製造される金属ハニカムマトリックスが含まれる。具体的には、本発明には以下の態様が含まれる。

30

【0011】

1. 2つの開口端面を有し、金属ハウジング、及び滑らかな金属シート及び波型の金属シートを重ねて巻回することで構成された金属ハニカムコアを含む金属ハニカムマトリックスにろう材を施す方法であって、

a) ろう材をペースト形態、すなわちはんだペーストの形態で金属ハニカムマトリックスの一方の端面に施す工程と、

c) 金属ハニカムマトリックス中にはんだペーストを分布させる工程と、  
を有することを特徴とする方法。

【0012】

40

2. はんだペーストを、工程 a) において予め定められた量で施す 1 の方法。

【0013】

3. はんだペーストを、工程 a) において、ブラシコーティング、ナイフコーティング、ウォッシュコーティング、若しくはスプレーコーティング等のコーティングにより施すか、又はディスペンサーやグラウトポンプを用いて施す 1 又は 2 に記載の方法。

【0014】

4. はんだペーストが、工程 c) において、波型シートと滑らかなシート及び / 又はこれらとハウジングの接触した結合部分に分布される 1 ~ 3 の何れかに記載の方法。

【0015】

5. はんだペーストを、金属ハニカムマトリックスにおける予め定められた領域に存在

50

させる 1 ~ 4 の何れかに記載の方法。

【 0 0 1 6 】

6 . 工程 c ) を、エアフローパーズ又は遠心分離により行う 1 ~ 5 の何れかに記載の方法。

【 0 0 1 7 】

7 . エアフローパーズを、圧縮空気を用いて実行する 6 に記載の方法。

【 0 0 1 8 】

8 . エアフローパーズを、0 . 2 ~ 0 . 6 M p a のゲージ圧の下で 2 ~ 1 0 秒間実行する 6 又は 7 に記載の方法。

【 0 0 1 9 】

9 . 上記遠心分離を、2 0 0 ~ 2 0 0 0 r p m の速度で 2 ~ 1 0 秒の間実行する 6 に記載の方法。

10

【 0 0 2 0 】

1 0 . はんだペーストが、一の端部側に、弾頭状に、又は完全に分布された状態となるように分布される 1 ~ 9 に記載の方法。

【 0 0 2 1 】

1 1 . さらに、工程 a ) の前に金属ハニカムマトリックスを予備洗浄する工程を含む 1 ~ 1 0 に記載の方法。

【 0 0 2 2 】

1 2 . さらに、工程 a ) と工程 c ) の間に、  
b ) 金属ハニカムマトリックスを起立した状態にして、重力の作用により、はんだペーストをはんだペーストが初めに施された一方端面から他方端面まで該はんだペーストを移動させる 1 ~ 1 1 に記載の方法。

20

【 0 0 2 3 】

1 3 . 金属ハニカムマトリックスが、1 ~ 3 0 分の間起立させた状態とする 1 2 に記載の方法。

【 0 0 2 4 】

1 4 . 金属ハニカムマトリックスを、工程 b ) において、垂直又は斜めに置く 1 2 又は 1 3 に記載の方法。

【 0 0 2 5 】

1 5 . 上記はんだペーストが、はんだ粉末及び接着剤を含み、固体含有率が 1 5 ~ 6 0 質量%である 1 ~ 1 4 の何れかに記載の方法。

30

【 0 0 2 6 】

1 6 . 固体はんだペーストが、B N i - 2、B N i - 5、B N i - 7、又は他のペースト状のろう材である 1 ~ 1 5 の何れかの方法。

【 0 0 2 7 】

1 7 . 2 つの開口端面を有し、金属ハウジング、並びに滑らかな金属シート及び波型の金属シートを重ねて巻回することで構成された金属ハニカムコアを含む金属ハニカムマトリックスを製造する方法であって、

( 1 ) 上述 1 ~ 1 6 の何れかの方法にしたがい、ろう材を金属ハニカムマトリックスに施す工程と、

40

( 2 ) ろう材を含む金属ハニカムマトリックスをろう付けする工程と、を有する製造方法。

【 0 0 2 8 】

1 8 . 上記工程 ( 2 ) を真空ろう付けにより実行する請求項 1 7 の製造方法。

【 0 0 2 9 】

1 9 . 真空ろう付けが、 $1 \times 10^{-3} \sim 2 \times 10^{-2}$  P a の条件の下で、温度を 9 5 0 ~ 1 2 0 0 に上昇させ、同温度を 1 0 ~ 3 0 分維持する工程を含む 1 8 の方法。

【 0 0 3 0 】

2 0 . 上述の 1 6 ~ 1 8 の何れかの方法により製造された金属ハニカムマトリックス。

50

## 【図面の簡単な説明】

## 【0031】

【図1】ろうストリップを用いて金属ハニカムマトリックスを製造する従来の方法を示す図である。

【図2】本発明について、主に溶接結合部分における金属ハニカムマトリックスのはんだ分布を示す図である。

【図3】本発明の方法において、はんだペーストの塗布についての実施の形態を示す図である。

【図4】本発明の方法において使用されるエアフローパージの実施の形態を示す図である。

【図5】本発明の金属ハニカムマトリックスの軸部分におけるはんだペーストの分布を示す図である。

【図6】本発明におけるはんだペーストの一の端部側に分布した状態を示す図である。

【図7】本発明におけるはんだペーストの弾頭状形態の分布を示す図である。

【図8】本発明におけるはんだペーストの完全な分布を示す図である。

【図9】比較例における金属ハニカムマトリックスを製造する方法を示す図である。

【図10】比較例における金属ハニカムマトリックスの構造を示す図である。

【図11】パフォーマンス試験及び比較1において使用される反応器を示す図である。

【図12】パフォーマンス試験及び比較1の後の触媒の写真を示す図であり、図12-a ~ 図12-cは、22.5時間の耐久サイクル試験の後における実施例1のマトリックスを用いた触媒の写真を示しており、図12-d ~ 図12-fは、4.5時間の耐久サイクル試験の後における実施例1のマトリックスを用いた触媒の写真を示している。

【図13】実施例2及び比較例のマトリックスの軸部分を示しており、図13-aは比較例のマトリックスであり、図13-bは実施例2のマトリックスである。

【図14】パフォーマンス試験及び比較2の後の触媒の写真を示す図であり、図14-aは125時間の試験の後の比較例における触媒を示しており、図14-bは250時間の試験の後の実施例2における触媒を示している。

【図15】実施例3について、高温(1100 / 4時間)処理の前と後におけるパフォーマンス比較、及び比較3におけるマトリックスの強度試験のデータを示している。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0032】

金属ハニカムマトリックスは、通常、車両の排気ガスを洗浄するための触媒担体として使用され、端面開放の金属ハウジング、及び金属ハニカムコアを有している。この金属ハウジングは、その断面がしばしば円形、長方形、又は楕円形に形成されている。金属ハニカムコアは、滑らかな金属シート及び波型の金属シートを重ねて屈曲させることで構成される。屈曲されたハニカムコアは、その後ハウジング内に取付けられる。滑らかな金属シート又は箔及び波型の金属シート又は箔、同様にハニカムコア及びハウジングは、通常、ろう材と結合される。このようにして得られた金属ハニカムマトリックスは、2つの開口端面を有し、滑らかなシート又は箔と波型のシート又は箔との間、及びハニカムコアとハウジング状中空セルの間に、ガスを通すことができる。触媒の活性成分はマトリックスに支持されて最終的に触媒を形成する。この触媒は、車両の排気ガス通路に置かれ、一度排気ガスが通過させられると、ガスは活性成分と接触して触媒により洗浄される。

## 【0033】

本発明の第1の態様は、上述のように、ろう材を金属ハニカムマトリックスに施す方法に関する。ここで、金属ハニカムマトリックスとは、金属ハウジング、及び金属ハニカムコアを含むマトリックスを意味し、滑らかな金属シート、波型金属シート、及びハウジングは、何れも相互に溶接されることなく、どのようなろう材も直接施されない。上記方法は、以下の工程を含む；

a) ペースト状のろう材、すなわちはんだペーストを金属ハニカムマトリックスの一方の端面に施す工程；

10

20

30

40

50

c) はんだペーストを金属ハニカムマトリックスに分布させる工程。

【0034】

本発明の方法によりろう材が施される金属ハニカムマトリックスは、滑らかな金属シート及び波型の金属シートを重ね及び巻回してハニカムコアを形成することにより製造することができ、その後、ハニカムコアをハウジング内に搭載する。このハウジングの断面は、円形、長方形、又は楕円形に形成されていても良い。ハニカムコアの巻回は、従来から知られている方法により実行され、巻回されたコアは単一の螺旋形状又はS形状であっても良い。

【0035】

本発明の方法の工程a)において、ろう材はペースト状で塗布される。一つの実施の形態において、はんだペーストは、はんだ粉末及び接着剤を含む。原則として、本発明において市販されているはんだ粉末又は接着剤を使用することができる。はんだペーストの固体含有率は、15～60質量%、例えば20質量%、25質量%、30質量%、40質量%、又は50質量%である。

【0036】

本発明によれば、市販されているBNi-2、BNi-5、又はBNi-7のはんだペーストを使用しても良い。これらのはんだペーストは、上述の範囲の固体含有率を有していても良い。

【0037】

本発明の方法の工程a)において、上記金属ハニカムマトリックスの特定の用途に応じて、予め定められた量ではんだペーストを塗布しても良い。具体的な量は、マトリックスは、セルの断面積が減少すること、又ははんだペーストが過剰量であることによりろう材料の無駄が生じることが無いようにしつつ、十分な溶接強度を持たせることができるように、実験的に予め決定されてもよい。

【0038】

図3に示すように、工程a)において、はんだペーストは、例えばブラシコーティング、ナイフコーティング、ウォッシュコーティング、若しくはスプレーコーティング等のコーティング法により施されても良いし、又はディスペンサーやグラウトポンプを用いて施されても良い。本発明において、はんだペーストの塗布は一回で完了するので、本発明の方法の処理工程はより簡素且つ便利である。

【0039】

一つの実施の形態において、はんだペーストは、工程c)により、波型シートと滑らかなシート及び/又はこれらとハウジングの接触した結合部分に分布される。この方法の一つの利点として、はんだペーストが主として、溶接すべき結合部分に分布され、一方で溶接を費用としない領域には分布されず、これにより、図2に示すように、セル断面領域の減少及びろう材の無駄が避けられるという点が挙げられる。

【0040】

本発明における他の利点として、ろう材としてはんだペーストが使用されることで、ハニカムコアを巻回するプロセスにおいて他にろう材を使用する必要がなくなる。ハニカムコアを巻回した後、自動設備を用いて又は手動で所定量のはんだペーストをコアに注いで、セルの溝のはんだペーストで充填しても良い。次に、はんだが、エアフローパーシ(高速度で高い圧力下であっても良い。)又は遠心分離(高速遠心分離であっても良い。)により、セルの溝に沿って軸方向への加速度を持って移動し、主として、波型のシートと滑らかなシートの結合部分に分布される。また、波型のシートとハウジングの結合部分においても、金属の表面上でペーストが侵入しない性質及び結合部分近傍の水力学的バランスを利用することにより、効率的にろう材を塗布することができる。

【0041】

従って、本発明の好ましい実施の形態によれば、エアフローパーシ又は遠心分離により工程c)が実行される。

【0042】

はんだペーストを金属八ニカムマトリックスに分布させることが可能となるように、図4に示すように、エアフローをマトリックスの端面から吹付けてはんだペーストが他方端面に塗布されるようにエアフローページを実行しても良い。エアフローページを2～10秒、3～9秒、又は4～7秒の間、0.2～0.6MPa、0.3～0.5MPa、又は0.3～0.4MPaのゲージ圧のもと実行することが好ましい。

**【0043】**

遠心分離法を採用した一つの実施の形態において、遠心分離は、2～10秒、3～9秒、又は4～7秒の間、200～2000rpm、500～1500rpm、又は800～1000rpmの速度で実行される。

**【0044】**

本発明において、特定の塗布方法により、はんだペーストが八ニカムマトリックスにおける予め定められた領域に存在するようにしても良い。つまり、はんだペーストを金属八ニカムマトリックスの全体長さ又はそれらの一部長さに存在させるようにしても良い。それぞれの溶接の継ぎ目においてははんだペーストの分布長さと、はんだペーストと端面の間の距離とを、実質的に同じにしても良いし、又は相互に異なるようにしても良い。この場合、はんだペーストの長さと、はんだペーストと端面の間の距離と、が同じであり、金属八ニカムマトリックスの軸部分におけるはんだペーストを実質的に長方形に分布させる。

**【0045】**

図5に示すように、本発明において、はんだペーストを単一端部形状、弾頭状又は完全な分散形状で分布させても良い。単一端部形状とは、はんだペーストの位置と金属八ニカムマトリックスの端面との間の距離が、金属八ニカムマトリックスの50%以下、例えば45%、40%、35%、30%、25%、20%、15%、又は10%以下であることを意味する。弾頭状分布形態とは、はんだペーストが金属八ニカムマトリックスの軸部分に弾頭状又は円錐状に分布していることを意味する。完全分布形態とは、はんだペーストが金属八ニカムマトリックスのほぼ全体の長さ、すなわちマトリックスの長さの90%～100%に亘って分布していることを意味する。

**【0046】**

本発明者は、金属八ニカムマトリックスの加熱の方法が、種々の場合において異なり、従って、その熱負荷分布のブローフィールドも変化することを発見した。本発明の方法によれば、はんだペーストを種々の塗布の場合に対して予め設定された領域に分布させて、熱負荷によるはんだ結合部分のクラックの発生を抑制し、金属八ニカムマトリックスの熱抵抗を高めて、その耐用年数を延長するようにしても良い。

**【0047】**

予め定められた領域におけるはんだペーストの分布は、本発明の方法により実現することが可能である。例えば、エアフローページ又は遠心分離の方法が採用される場合、はんだペーストは、その固体含有率、圧力、及びエアフローページの持続時間、及び/又は遠心分離速度及び遠心分離時間等を調整することで所望の領域に分布させることができる。この態様において、はんだペーストの固体含有率が、15～60質量%の範囲、例えば20質量%、25質量%、30質量%、40質量%、又は50質量%であることが好ましい。エアフローページを2～10秒、3～9秒、又は4～7秒の間、0.2～0.6MPa、0.3～0.5MPa、又は0.3～0.4MPaのゲージ圧のもと実行することが好ましい。遠心分離は、2～10秒、3～9秒、又は4～7秒の間、200～2000rpm、500～1500rpm、又は800～1000rpmの速度で実行される。

**【0048】**

さらに、本発明の方法は、工程a)の前における金属八ニカムマトリックスの予備洗浄工程を含む。予備洗浄の工程を、超音波洗浄、水による洗浄の前の濃縮アルカリ溶液を用いた洗浄などの従来より広く知られた方法で実行しても良い。

**【0049】**

さらに、本発明の方法は、工程a)～c)の間において、工程b)を含んでいても良い。工程b)においては、重力を利用して、金属八ニカムマトリックスを、塗布されたはん

10

20

30

40

50

だペーストを、はんだペーストが初めに塗布された端面から他方端面まで移動させる。一つの実施の形態において、金属八ニカムマトリックスを1～30分の間、2～22分の間、又は5～18分の間、又は8～15分の間起立させた状態で放置する。この方法において、金属八ニカムマトリックスを垂直に又は斜めに配置することができる。

【0050】

本発明の第2の態様は、2つの開放端面を有する金属八ニカムマトリックスを製造する方法に関し、この金属八ニカムマトリックスは、金属ハウジング、及び波型の金属シートを積み重ねて及び巻回して構成される金属八ニカムコアを含み、

この方法は、

(1) 上述のろう材塗布方法により、ろう材を金属八ニカムマトリックスに塗布する工程と、

(2) 金属八ニカムマトリックスをろう付けする工程と、  
を含む。

【0051】

また、本発明の第1の態様において言及されている全ての技術的内容は、本発明の第2の態様に適用することが可能であり、したがって、ここでは繰り返して記載しない。

【0052】

好ましくは、上述の工程(2)を真空ろう付けにより実行する。より好ましくは、上記真空ろう付けは、 $1 \times 10^{-3} \sim 2 \times 10^{-2}$  Paの真空条件の下、又は $2 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-2}$  Paの真空条件の下、温度を950から1200、例えば970から1100、又は990から1050に上昇させる工程、及びこの温度を10～30分、例えば15～27分、18から25分、又は20分間維持する工程を含む。

【0053】

本発明の第3の態様は、金属八ニカムマトリックスを製造する方法により製造された金属八ニカムマトリックスに関する。本発明による金属八ニカムマトリックスは、現在の技術からなる同一のものと比較して、背圧がより小さく、より熱抵抗が小さく、耐用期間がより短いという利点を有する。

【0054】

(実施例1)

はんだペーストが浸みこんだ金属八ニカムマトリックスを、従来技術の方法により構成した。具体的には、数枚の金属箔を初めに圧縮して波型シートとし、その後、滑らかなシート一枚、及び波型のシート一枚を積み重ねて、把持装置に送り、マトリックスコアに一つの螺旋形状で巻回した。その後、これをハウジングに押し込めることではんだペーストが浸みこまれた中間製品を製造した。得られた中間製品の径は、42mmで長さ100mmであり、セル密度は300cpsであり、 $42 \times 100 / 300$  cps金属八ニカムとしてラベルを貼った。上記中間製品を超音波で洗浄し、乾燥させ、その後、垂直に配置された八ニカムの端面を、調剤法により、Guangdong Sihai社製の(図3参照)SH-2タイプ3軸自動ディスペンサーを用いてはんだペーストで浸した。使用されるはんだペーストは、BNi-2である。これは、Heesung Material社により製造された固体含有率が50%である生成物である。この生成物には5gのはんだペーストが塗布される。

【0055】

はんだペーストで浸した後2分間起立させた状態で放置した後、圧縮空気を用いてマトリックスをはんだペーストが塗布された端面から下方で洗浄した(図4)。洗浄パラメータは、以下の通りであった。

【0056】

【表1】

はんだペーストの分布形態	図7(弾頭状形態の分布)
パーズエア圧力	0.6Mpa
パーズ時間	5秒

10

20

30

40

50

## 【 0 0 5 7 】

洗浄を完了した後に、マトリックスを真空ろう炉に送給した。  $10^{-3}$  Pa 以下の真空状態の下、温度を 1050 まで上昇させ、20 分間維持した。

## 【 0 0 5 8 】

(実施例 2)

同じ工程を経て、実施例 1 で記載したようなはんだペーストに浸された金属ハニカムマトリックスが得られた。金属ハニカムマトリックスは、種々のサイズ及び形状を有していた。金属ハニカムマトリックスは、径が 62 mm、長さが 50 mm、及びセル密度が 400 psi であり、S 字状の内部コアを有し、  $62 \times 50 / 400$  cspi 金属ハニカムとラベルした。これを音波で洗浄して乾燥させ、その後、Guilin Straight Packing Machinery 社製の DG タイプシングルヘッドペースト充填機を用いて、はんだペーストを、グラウト法で垂直に配置されたハニカムの端面に注いだ。使用したはんだペーストは、BNi-5 であった。これは、Heesung Material 社により製造された固体含有率が 25% の生成物である。5 g の BNi-5 を使用した。

10

## 【 0 0 5 9 】

はんだペーストに浸した後、5 分間放置した後、マトリックスを、遠心分離にかけるために、端面を下方にしてはんだペーストに浸された状態で遠心分離器に配置した。遠心分離パラメータは以下の通りである。

## 【 0 0 6 0 】

【表 2】

はんだペーストの分布形態	図 8 (完全な分布)
遠心分離速度	800rpm
遠心分離時間	10秒

20

## 【 0 0 6 1 】

遠心分離を完了させた後に、マトリックスを真空ろう炉に移送する。  $10^{-3}$  Pa の真空状態の下、温度を 1200 まで上昇させ、その状態で 20 分間維持した。

## 【 0 0 6 2 】

(実施例 3)

ペーストに浸した金属ハニカムマトリックスを、実施例 1 に記載の方法と同様の方法で構成したが、異なる大きさとした。ハニカム金属マトリックスは、35 mm、長さ 50 mm、及びセル密度 200 psi を有し、  $35 \times 50 / 200$  cpsi 金属ハニカムとラベルした。このマトリックスを音波で洗浄し、乾燥し、その後、Guilin Straight Packing Machinery 社製の DG タイプシングルヘッドペースト充填機を用いてグラウト法によりはんだペーストを垂直に配置されたハニカムの端面に注いだ (図 3 参照)。使用したはんだペーストは、BNi-7 であった。これは、Heesung Material 社により製造された固体含有率が 50% の生成物である。5 g の BNi-5 を使用した。

30

## 【 0 0 6 3 】

はんだペーストを浸した後に 2 分間起立した状態で放置した後、はんだペーストが塗布された端面から圧縮空気を下方向に供給することでマトリックスを洗浄した (図 4 参照)。洗浄パラメータは以下の通りである。

40

## 【 0 0 6 4 】

【表 3】

はんだペーストの分布形態	図 6 (一方端部側)
パーージェア-圧力	0.3Mpa
パーージェ時間	2秒

## 【 0 0 6 5 】

洗浄を完了した後に、マトリックスを真空ろう炉に配置した。  $10^{-3}$  Pa 以下の真空下で温度を 980 に上昇させ、その状態で 20 分間維持した。

50

【 0 0 6 6 】

( 比較例 )

C N 2 8 6 1 5 0 4 Y の明細書の 2 ページにおける「実施の形態」に基づいて、多くの金属ハニカムマトリックスを、Shanghai Shilu Special Metal Material 社製の BNi - 5 ろうストリップを用いて構成した。これらマトリックスは、図 1 0 に示す態様の構造を有し、その大きさは実施例 1、2、及び 3 のものと同じであった。構成されたマトリックスを真空ろう炉に入れて、 $10^{-3}$  Pa の真空状態の下、温度を 1 2 0 0 まで上昇させ、その状態で 2 0 分間維持した。

【 0 0 6 7 】

パフォーマンス試験及び比較 1

10

実施例 1 における金属ハニカムと比較例における金属ハニカムを、従来のディップコート法を用いて触媒によりウォッシュコーティングした。コーティングされた触媒を乾燥し、焼成した。触媒中における貴金属 Pt と Rh の比は、5 / 1 であった。全貴金属含有率は、5 0 g / f t <sup>3</sup> であった。

【 0 0 6 8 】

触媒を、ある反応器に設けた ( 図 1 1 参照 ) 。試験において、YAMAHA 製の NY 1 2 5 2 ストローク 1 2 4 c c エンジンを用いたので、触媒温度がやや高くなり、触媒反応により劇的な温度変化が起こり得る。試験において、触媒の前部におけるエンジンの排出温度、触媒中央床の温度、及び触媒の後ろのエアフロー温度を監視した。

20

【 0 0 6 9 】

テストを行った温度範囲を以下に記録した。

【 0 0 7 0 】

【表 4】

	エンジン排出温度	触媒床中心温度	触媒の後部のエアフロー温度
実施例1のサンプル	650~720℃	1000~1150℃	650~720℃
比較例のサンプル	650~720℃	1000~1150℃	650~720℃

【 0 0 7 1 】

30

サンプルの状況をチェックするために、エンジンを 4 . 5 時間ごとに停止した。本発明の実施例 1 のサンプルは、上記 4 . 5 時間の 5 サイクル ( すなわち、2 2 . 5 時間 ) の耐久試験の後であってもまだ、完全な状態の構造を有していた。一方、比較例のサンプルでは、1 回の 4 . 5 時間の耐久試験の後で、深刻な構造的損傷が確認された ( 図 1 2 参照 ) 。

【 0 0 7 2 】

これは、触媒に対して過酷な動作条件においても、本発明のハニカムはより長い耐用期間を有することの証拠となる。

【 0 0 7 3 】

パフォーマンス試験及び比較 2

40

実施例 2 における金属ハニカムと対応する比較例における金属ハニカムを、軸方向に沿って切断し開いた ( 図 1 3 参照 ) 。

【 0 0 7 4 】

実施例 2 における金属ハニカムでは、溶接の継ぎ目部分においてはんだが一様に分布しており、一方で比較例の金属ハニカムでは、んだが全体の面に分布していることが分かった。

【 0 0 7 5 】

実施例 2 の金属ハニカム及び比較例の金属ハニカムを、従来のディップコート法を用いて触媒によりウォッシュコーティングした。コーティングされた触媒を乾燥し、焼成した。触媒中における貴金属 Pt、Pd、及び Rh の比は、1 / 1 8 / 1 であった。全貴金属

50

含有率は、 $50 \text{ g} / \text{ft}^3$ であった。

【0076】

1P90/420cc 万能吸音機械内において、触媒をカプセルに封入し、この触媒に対して、定格速度及び完全負荷の下で耐久試験を行った。結果は以下の通りである。125時間の試験の後、比較例のものは損傷していた一方、実施例2の構造は、250時間の試験の後でも図14に示すように、良好な状態を保っていた。

【0077】

パフォーマンス試験及び比較3

実施例3における金属ハニカム及び対応する比較例をマッフル炉に配置して、1100で4時間の除去を行い、室温まで冷却して、押出圧力試験を行った。この試験は主として、高い温度に曝された後のマトリックスの機械的強度の変化を検査するために行うものである。結果を図15に示す。実施例3は高温に対する抵抗において明らかな利点があった。

10

【符号の説明】

【0078】

- 1 滑らかなシート
- 2 波型シート
- 3 ろうストリップ
- 4 はんだペースト
- 5 巻回された金属ハニカム
- 6 はんだペースト散布装置
- 7 高圧エアノズル
- 8 ろう材分布領域
- 10 金属ハニカムコア
- 11 金属ハウジング
- 12、13、15 触媒の前、中、及び後における3つの温度測定点
- 14 内部に触媒を有する反応器
- 16 エンジン

20

【 図 1 】

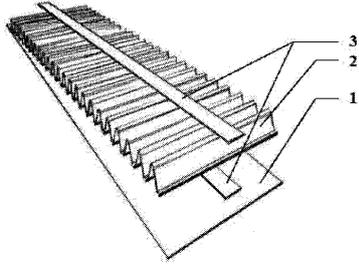


Figure 1

【 図 2 】

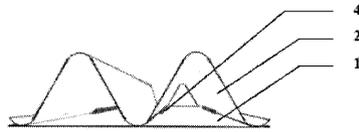


Figure 2

【 図 3 】

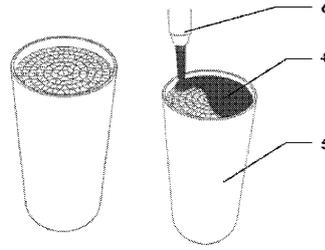


Figure 3

【 図 4 】

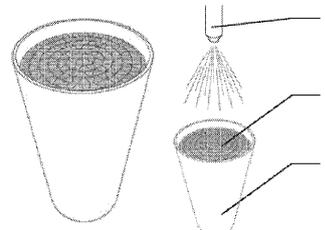


Figure 4

【 図 5 】

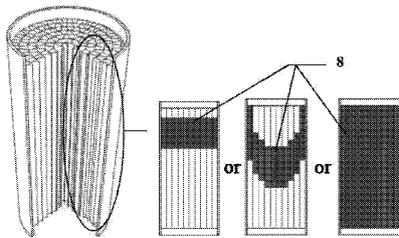


Figure 5

【 図 8 】

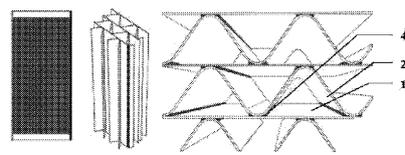


Figure 8

【 図 6 】

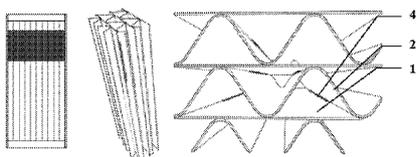


Figure 6

【 図 9 】

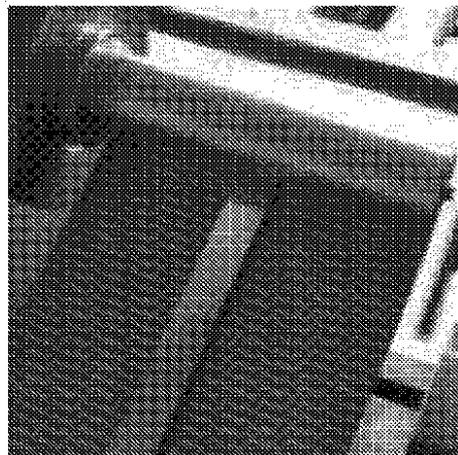


Figure 9

【 図 7 】

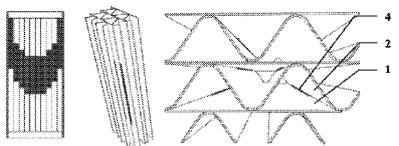


Figure 7

【 10 】

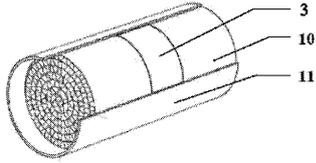


Figure 10

【 11 】

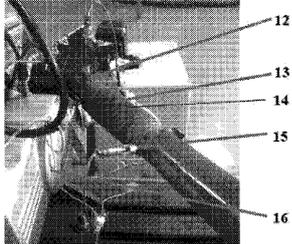


Figure 11

【 12 - a 】

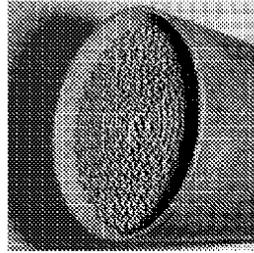


Fig. 12-a

【 12 - b 】

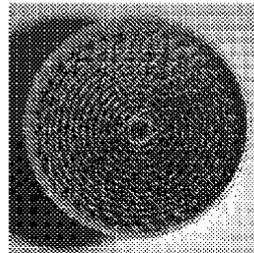


Fig. 12-b

【 12 - c 】

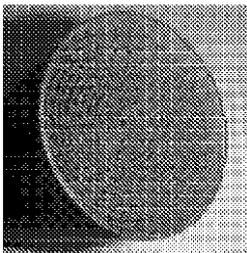


Fig. 12-c

【 12 - e 】

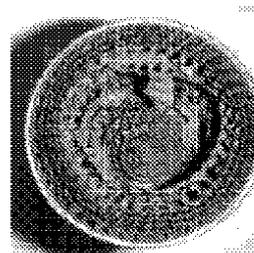


Fig. 12-e

【 12 - d 】

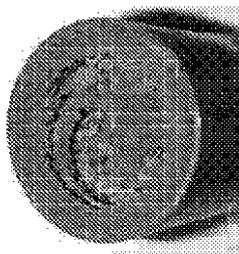


Fig. 12-d

【 12 - f 】

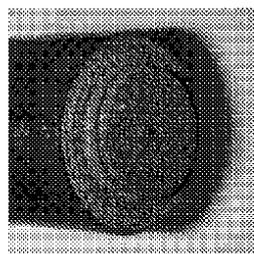


Fig. 12-f

【図13-a】

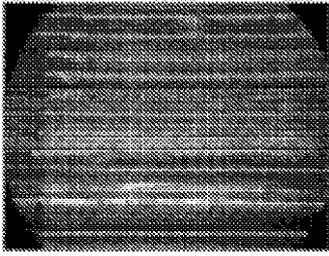


Fig. 13-a

【図14-a】



Fig. 14-a

【図13-b】

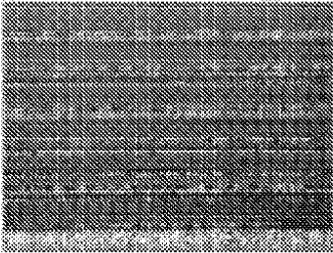


Fig. 13-b

【図14-b】

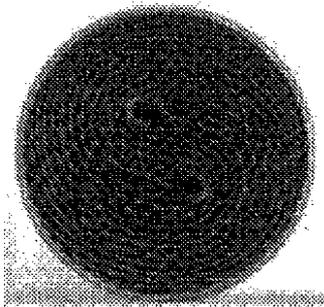
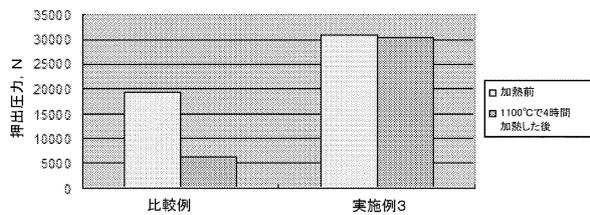


Fig. 14-b

【図15】

φ35×50/200cpsiマトリス用の高温強度



## フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I		
<b>B 2 3 K</b>	<b>1/00</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 3 K	31/02	3 1 0 C
<b>F 0 1 N</b>	<b>3/28</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 3 K	31/02	3 1 0 F
			B 2 3 K	1/00	3 3 0 P
			F 0 1 N	3/28	3 0 1 Z

- (72)発明者 トン, シュイピン  
中国、5 4 1 0 0 4 コワンシー、クイリン、ハイ テック アンド インダストリー デベロップング ゾーン、ツァン ロワン ロード 1 8
- (72)発明者 チャン, ユイチン  
中国、5 4 1 0 0 4 コワンシー、クイリン、ハイ テック アンド インダストリー デベロップング ゾーン、ツァン ロワン ロード 1 8
- (72)発明者 リウ, イエ  
アメリカ合衆国、0 8 8 3 0 ニュージャージー州、イズリン、ミドルセックス エセックス ターンパイク 2 5
- (72)発明者 タオ, ウエイチャン  
中国、5 4 1 0 0 4 コワンシー、クイリン、ハイ テック アンド インダストリー デベロップング ゾーン、ツァン ロワン ロード 1 8
- (72)発明者 バルトロマオイス, ペーター  
中国、2 0 1 2 0 6 シャンハイ、プートン、ルーチャオ ロード 2 3 9

審査官 山崎 孔徳

- (56)参考文献 特開平05 - 057198 (JP, A)  
特開昭56 - 004373 (JP, A)  
特開平07 - 265716 (JP, A)  
特開2001 - 150126 (JP, A)  
米国特許第04381590 (US, A)  
米国特許第05082167 (US, A)  
欧州特許出願公開第01557545 (EP, A2)

## (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 2 3 K 3 / 0 6  
B 2 3 K 1 / 0 0  
B 2 3 K 3 1 / 0 2  
B 2 3 K 3 5 / 2 2  
B 2 3 K 3 5 / 3 0  
C 2 2 C 1 9 / 0 5  
F 0 1 N 3 / 2 8