

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2016-55282  
(P2016-55282A)

(43) 公開日 平成28年4月21日(2016.4.21)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>BO1D 46/00 (2006.01)</b>	BO1D 46/00 302	3G190
<b>BO1J 35/04 (2006.01)</b>	BO1J 35/04 301E	4D019
<b>BO1J 23/63 (2006.01)</b>	BO1J 35/04 301F	4D058
<b>CO4B 41/85 (2006.01)</b>	BO1J 23/63 ZABA	4G019
<b>CO4B 38/00 (2006.01)</b>	CO4B 41/85 C	4G169

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 20 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2015-126979 (P2015-126979)  
 (22) 出願日 平成27年6月24日 (2015. 6. 24)  
 (31) 優先権主張番号 特願2014-184770 (P2014-184770)  
 (32) 優先日 平成26年9月11日 (2014. 9. 11)  
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(71) 出願人 000004064  
 日本碍子株式会社  
 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号  
 (74) 代理人 100088616  
 弁理士 渡邊 一平  
 (74) 代理人 100154829  
 弁理士 小池 成  
 (72) 発明者 伊藤 義孝  
 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号  
 日本碍子株式会社内  
 (72) 発明者 田中 大  
 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号  
 日本碍子株式会社内  
 Fターム(参考) 3G190 AA02 AA12 AA13 BA02 BA41  
 BA43 CA03 CA13 CB13  
 最終頁に続く

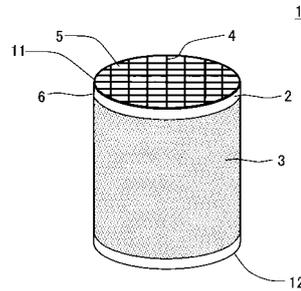
(54) 【発明の名称】 ハニカム構造体

(57) 【要約】

【課題】触媒スラリーが外周壁の外表面に染み出すことを防止できるとともに、外周壁の強度が向上し、その結果、構造体全体のアイソスタティック強度も向上したハニカム構造体を提供する。

【解決手段】流体の入口側となる入口端面11から流体の出口側となる出口端面12まで延びる複数のセル5を区画形成する多孔質の隔壁4と、隔壁4と一体的に形成された多孔質の外周壁6とを有するハニカム基材2、及び外周壁6の外側表面の少なくとも一部に配設されたコート層3を備え、コート層3は、その一部が外周壁6の細孔内に侵入しており、コート層3の外周壁6の細孔内に侵入している部分の厚さが、外周壁6の厚さの1～90%であるハニカム構造体1。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

流体の入口側となる入口端面から流体の出口側となる出口端面まで延びる複数のセルを区画形成する多孔質の隔壁と、当該隔壁と一体的に形成された多孔質の外周壁とを有する八ニカム基材、及び前記外周壁の外側表面の少なくとも一部に配設されたコート層を備え、前記コート層は、その一部が前記外周壁の細孔内に侵入しており、前記コート層の前記外周壁の細孔内に侵入している部分の厚さが、前記外周壁の厚さの 1 ~ 90 % である八ニカム構造体。

## 【請求項 2】

流体の入口側となる入口端面から流体の出口側となる出口端面まで延びる複数のセルを区画形成する多孔質の隔壁と、当該隔壁と別個に形成された気孔率が 35 % 以上である多孔質の外周壁とを有する八ニカム基材、及び前記外周壁の外側表面の少なくとも一部に配設されたコート層を備え、前記コート層は、その一部が前記外周壁の細孔内に侵入しており、前記コート層の前記外周壁の細孔内に侵入している部分の厚さが、前記外周壁の厚さの 1 ~ 90 % である八ニカム構造体。

10

## 【請求項 3】

前記コート層の前記外周壁の細孔内に侵入している部分を除いた部分の厚さが、70  $\mu$  m 以下である請求項 1 又は 2 に記載の八ニカム構造体。

## 【請求項 4】

前記コート層が、Si を含む請求項 1 ~ 3 の何れか一項に記載の八ニカム構造体。

20

## 【請求項 5】

前記コート層が、更に Ti を含む請求項 4 に記載の八ニカム構造体。

## 【請求項 6】

前記八ニカム基材の気孔率が、50 ~ 75 % である請求項 1 ~ 5 の何れか一項に記載の八ニカム構造体。

## 【請求項 7】

前記八ニカム基材の気孔率が、59 ~ 67 % である請求項 1 ~ 5 の何れか一項に記載の八ニカム構造体。

## 【請求項 8】

所定のセルの前記入口端面側の開口端部及び残余のセルの前記出口端面側の開口端部を目封止する目封止部を有する請求項 1 ~ 7 の何れか一項に記載の八ニカム構造体。

30

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、ディーゼルエンジンやガソリンエンジンの排ガス中に含まれる粒子状物質を捕集するためのフィルタ等に使用される八ニカム構造体に関し、特に、触媒を担持する必要のあるフィルタ等に好適に使用できる八ニカム構造体に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

ディーゼルエンジンや GDI (Gasoline Direct Injection) エンジン等のガソリンエンジンの排ガス中には、粒子状物質 (パーティキュレートマター (PM)) が含まれている。この PM は、主にスート (煤) 等のカーボン微粒子からなるもので、発がん性が認められていることから、大気中に放出されるのを防止する必要がある。厳しい排出規制が課せられている。

40

## 【0003】

このような厳しい排出規制に対応すべく、PM 排出量を低減するための多くの研究が行われているが、PM 排出量を燃焼技術の改善によって低減するには限界があり、排気系にフィルタを設置することが、現在、唯一の有効な PM 排出量の低減手段となっている。

## 【0004】

PM を捕集するためのフィルタとしては、圧力損失を許容範囲に抑えつつ、高い PM 捕

50

集効率を得られることから、八ニカム構造体を用いたウォールフロー型のものが、広く使用されている。ウォールフロー型フィルタに使用される八ニカム構造体は、排ガスの入口側となる入口端面から排ガスの出口側となる出口端面まで延びる複数のセルを区画形成する多孔質の隔壁と、外周壁とを有している。この八ニカム構造体に、所定のセルの出口端面側の開口端部及び残余のセルの入口端面側の開口端部を目封止する目封止部を設けることにより、高いPM捕集効率を持ったフィルタが得られる。

【0005】

このようなフィルタの中でも、GDIエンジンの排ガス中に含まれるPMの除去に用いられるガソリンパティキュレートフィルタ(GPF)は、隔壁に排ガス浄化用の触媒を担持して用いられる場合が多い。この場合、触媒担持後も圧力損失が許容範囲に抑えられるようにするため、50%以上の高い気孔率を有する八ニカム構造体を使用される。

10

【0006】

GPFに使用される比較的小型の八ニカム構造体は、通常、隔壁と外周壁とが一体的に形成されたものである。このような八ニカム基材は、押出成形により、隔壁と外周壁とを同時に成形し、得られた成形体を焼成することにより作製されるものであり、外周壁と隔壁とが同一の気孔率を有する。

【0007】

八ニカム構造体の隔壁に触媒を担持させる場合には、触媒を含むスラリー(触媒スラリー)を、従来公知の吸引法等によりセル内に導入し、隔壁の表面や細孔に付着させた後、高温処理を施して、触媒スラリーに含まれる触媒を隔壁に焼き付ける。ここで、触媒を担持させる八ニカム構造体が、前記のような高い気孔率を有し、外周壁と隔壁とが同一の気孔率を有するものである場合、セル内に導入した触媒スラリーが、外周壁の細孔を通過して、外周壁の外側表面に染み出すことがある。更に、隔壁と外周壁とが別個に形成された八ニカム構造体の隔壁に触媒を担持させる場合においても、外周壁の気孔率が35%以上であると、セル内に導入した触媒スラリーが、外周壁の外側表面に染み出すことがある。そして、このような触媒スラリーの染み出しが生じると、八ニカム構造体の隔壁に触媒を担持させる工程において、作業性が悪化するという問題があった。また、八ニカム構造体に触媒を担持させる工程は、八ニカム構造体の外周壁の一部をチャック(把持)した状態で行われるが、外周壁が高気孔率であると、十分な強度が得られず、チャック時に外周壁が破損し易いという問題もあった。更に、八ニカム構造体全体(隔壁及び外周壁)が高気孔率であると、八ニカム構造体のアイソスタティック強度が低くなり、搬送時や実使用時に破損し易いという問題もあった。

20

30

【0008】

従来、八ニカム構造体の強度を向上させるための技術として、外周壁に補強材料を付着させる技術が知られている。例えば、特許文献1には、八ニカム構造体の外周部を、高温で消失あるいは飛散する材料により補強した八ニカム構造体が開示されている。また、特許文献2には、触媒担持前のセラミック八ニカム構造体の外周壁外側全面に、触媒とほぼ同等の熱膨脹率を有する材料を付着させた八ニカム構造体が開示されている。更に、特許文献3には、セル構造体の外周部を被覆するように配設された、多孔質体からなる外壁の所定厚さの最外周部分に、燃焼により焼失する非水溶性の有機物質、又は無機物質が含浸された含浸部分が形成された八ニカム触媒担体が開示されている。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

【特許文献1】特開2000-809号公報

【特許文献2】特開2001-871号公報

【特許文献3】特開2004-113887号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

50

しかしながら、特許文献 1 に開示された八ニカム構造体における補強材料は、八ニカム構造体に触媒を焼き付ける際の高温処理において消失あるいは飛散するため、当該高温処理後の八ニカム構造体の強度向上には寄与しない。また、特許文献 2 に開示された八ニカム構造体における補強材料は、外周壁の内側と外側との熱膨脹差を解消するためのものであり、触媒スラリーの染み出しを防止する効果や、アイソスタティック強度を向上する効果は、あまり期待できない。更に、特許文献 3 に開示された八ニカム触媒担体は、触媒スラリーの染み出しや強度不足の問題については、考慮されていない。

【 0 0 1 1 】

本発明は、このような事情に鑑みてなされたものであり、触媒スラリーが外周壁の外側表面に染み出すことを防止できるとともに、外周壁の強度が向上し、その結果、構造体全体のアイソスタティック強度も向上した八ニカム構造体を提供することを目的とする。

10

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 2 】

上記目的を達成するため、本発明によれば、以下の八ニカム構造体を提供される。

【 0 0 1 3 】

[ 1 ] 流体の入口側となる入口端面から流体の出口側となる出口端面まで延びる複数のセルを区画形成する多孔質の隔壁と、当該隔壁と一体的に形成された多孔質の外周壁とを有する八ニカム基材、及び前記外周壁の外側表面の少なくとも一部に配設されたコート層を備え、前記コート層は、その一部が前記外周壁の細孔内に侵入しており、前記コート層の前記外周壁の細孔内に侵入している部分の厚さが、前記外周壁の厚さの 1 ~ 9 0 % である八ニカム構造体。

20

【 0 0 1 4 】

[ 2 ] 流体の入口側となる入口端面から流体の出口側となる出口端面まで延びる複数のセルを区画形成する多孔質の隔壁と、当該隔壁と別個に形成された気孔率が 3 5 % 以上である多孔質の外周壁とを有する八ニカム基材、及び前記外周壁の外側表面の少なくとも一部に配設されたコート層を備え、前記コート層は、その一部が前記外周壁の細孔内に侵入しており、前記コート層の前記外周壁の細孔内に侵入している部分の厚さが、前記外周壁の厚さの 1 ~ 9 0 % である八ニカム構造体。

【 0 0 1 5 】

[ 3 ] 前記コート層の前記外周壁の細孔内に侵入している部分を除いた部分の厚さが、7 0  $\mu$  m 以下である [ 1 ] 又は [ 2 ] に記載の八ニカム構造体。

30

【 0 0 1 6 】

[ 4 ] 前記コート層が、S i を含む [ 1 ] ~ [ 3 ] の何れかに記載の八ニカム構造体。

【 0 0 1 7 】

[ 5 ] 前記コート層が、更に T i を含む [ 4 ] に記載の八ニカム構造体。

【 0 0 1 8 】

[ 6 ] 前記八ニカム基材の気孔率が、5 0 ~ 7 5 % である [ 1 ] ~ [ 5 ] の何れかに記載の八ニカム構造体。

【 0 0 1 9 】

[ 7 ] 前記八ニカム基材の気孔率が、5 9 ~ 6 7 % である [ 1 ] ~ [ 5 ] の何れかに記載の八ニカム構造体。

40

【 0 0 2 0 】

[ 8 ] 所定のセルの前記入口端面側の開口端部及び残余のセルの前記出口端面側の開口端部を目封止する目封止部を有する [ 1 ] ~ [ 7 ] の何れかに記載の八ニカム構造体。

【発明の効果】

【 0 0 2 1 】

本発明の八ニカム構造体は、コート層の一部が外周壁の細孔内に侵入しているとともに、その侵入している部分の厚さが所定の範囲に特定されていることにより、外周壁の細孔が閉塞されている。このため、気孔率が 5 0 % 以上であるような高気孔率の八ニカム基材を用いても、触媒スラリーをセル内に導入した際に、当該スラリーが外周壁の外側表面に

50

染み出すことがなく、八ニカム構造体の隔壁に触媒を担持させる工程において、良好な作業性が得られる。また、コート層が外周壁を補強するため、外周壁の強度が向上し、八ニカム構造体に触媒を担持させる工程において、八ニカム構造体の外周壁の一部をチャック（把持）した際の外周壁の破損が効果的に防止できる。更に、外周壁の強度が向上した結果、八ニカム構造体全体のアイソスタティック強度も向上し、八ニカム構造体の搬送時や実使用時における破損も効果的に防止できる。

【図面の簡単な説明】

【0022】

【図1】本発明の八ニカム構造体の一の実施形態を模式的に示す斜視図である。

【図2】本発明の八ニカム構造体の一の実施形態の、セルの延びる方向に平行な断面を示す模式図である。

10

【図3】図2のA部の拡大図である。

【図4】本発明の八ニカム構造体の他の実施形態を模式的に示す斜視図である。

【図5】本発明の八ニカム構造体の他の実施形態の、セルの延びる方向に平行な断面を示す模式図である。

【発明を実施するための形態】

【0023】

以下、本発明を具体的な実施形態に基づき説明するが、本発明は、それらの実施形態に限定されて解釈されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で、当業者の通常の知識に基づいて、適宜設計の変更、改良等を加え得るものである。

20

【0024】

(1) 八ニカム構造体：

図1は、本発明の八ニカム構造体の一の実施形態を模式的に示す斜視図である。また、図2は、本発明の八ニカム構造体の一の実施形態の、セルの延びる方向に平行な断面を示す模式図であり、図3は、図2のA部の拡大図である。図1及び図2に示すように、本発明に係る八ニカム構造体1は、八ニカム基材2及びコート層3を備える。八ニカム基材2は、流体の入口側となる入口端面11から流体の出口側となる出口端面12まで延びる複数のセル5を区画形成する多孔質の隔壁4と、隔壁4と一体的に形成された多孔質の外周壁6とを有する。ここで、「一体的に形成された」とは、八ニカム基材2の製造工程において、隔壁4と外周壁6とが同時に押出成形され、得られた成形体において、隔壁4と外周壁6とが押出直後から一体的であったことを意味する。このような成形体を焼成して得られた八ニカム基材2においては、その全体の気孔率、即ち、隔壁4の気孔率と外周壁6の気孔率とが同一となる。

30

【0025】

コート層3は、八ニカム基材2の外周壁6の外側表面の少なくとも一部に配設されている。コート層3は、外周壁6の細孔内に侵入できるような材料を含む。具体的には、外周壁6の平均細孔径より小さい平均粒子径を有する粒子や撥水材料を含むことが好ましい。粒子の材質は特に限定されるものではないが、炭化珪素、シリカ、窒化珪素、コーゼライト、アルミナ、ムライト、ジルコニア等の無機粒子が好ましく、炭化珪素、シリカ等のSi（珪素）を含む粒子が特に好ましい。また、撥水材料の種類も、特に限定されるものではないが、シリコン系撥水材料のようなSiを含むものが好ましい。シリコン系撥水材料としては、具体的には、シリコンオイルなどがある。

40

【0026】

図3に示すように、本発明において、コート層3は、その一部が外周壁6の細孔7内に侵入している。図3は、八ニカム基材2の外周壁6の外側表面に、外周壁6の平均細孔径より小さい平均粒子径を有する粒子8を含むコート層3が配設された実施形態を示している。この実施形態では、コート層3に含まれる粒子8が、外周壁6の細孔7内に侵入した状態となっている。

【0027】

このように、本発明においては、コート層3の一部が外周壁6の細孔7内に侵入してい

50

ることにより、外周壁 6 の細孔 7 が閉塞される。このため、本発明の八ニカム構造体 1 の隔壁 4 に触媒を担持させるため、触媒スラリーをセル 5 内に導入しても、当該スラリーが外周壁 6 の外側表面に染み出すことがなく、八ニカム構造体 1 の隔壁 4 に触媒を担持させる工程において、良好な作業性が得られる。また、コート層 3 が外周壁 6 を補強するため、外周壁 6 の強度が向上し、八ニカム構造体 1 に触媒を担持させる工程において、八ニカム構造体 1 の外周壁 6 の一部をチャック（把持）した際の外周壁 6 の破損が効果的に防止できる。更に、外周壁 6 の強度が向上した結果、八ニカム構造体 1 全体のアイソスタティック強度も向上し、八ニカム構造体 1 の搬送時や実使用時における破損も効果的に防止できる。尚、撥水材料を含むコート層を配設した場合には、コート層が外周壁の細孔が閉塞することによる触媒スラリーの染み出し防止効果に加え、コート層中の撥水材料が触媒スラリーを弾くことによる触媒スラリーの染み出し防止効果も得られる。

10

20

30

40

50

#### 【0028】

本発明においては、コート層 3 の、外周壁 6 の細孔 7 内に侵入している部分（以下、「侵入部」という。）3 b の厚さ  $T_2$  が、八ニカム基材 2 の外周壁 6 の厚さ  $T_1$  の 1 ~ 90 %、好ましくは 10 ~ 60 %、特に好ましくは 15 ~ 50 % である（図 3 参照）。コート層 3 の侵入部 3 b の厚さ  $T_2$  が、外周壁 6 の厚さ  $T_1$  の 1 ~ 90 % であると、気孔率が 50 % 以上であるような高气孔率の八ニカム基材 2 を用いても、外周壁 6 の細孔 7 を効果的に閉塞させることができる。一方、コート層 3 の侵入部 3 b の厚さ  $T_2$  が、外周壁 6 の厚さ  $T_1$  の 1 % 未満であると、気孔率が 50 % 以上であるような高气孔率の八ニカム基材 2 を用いた場合に、外周壁 6 の細孔 7 の閉塞が不完全となり、触媒スラリーの染み出し防止効果が得られないことがある。また、コート層 3 の侵入部 3 b の厚さ  $T_2$  が、外周壁 6 の厚さ  $T_1$  の 90 % を超えると、コート層 3 が隔壁 4 の細孔にまで侵入して、隔壁 4 の細孔内への触媒担持を妨げ、排ガス浄化性能が悪化するおそれがある。尚、コート層 3 の侵入部 3 b の厚さは、SEM（走査型電子顕微鏡）により観察し、測定した。

#### 【0029】

また、本発明においては、コート層 3 の、外周壁 6 の細孔 7 内に侵入している部分を除いた部分（以下、「非侵入部」という。）3 a の厚さ  $T_3$  が、 $70 \mu\text{m}$  以下であることが好ましく、 $8 \mu\text{m}$  以下であることがより好ましい（図 3 参照）。コート層 3 の非侵入部 3 a の厚さ  $T_3$  が  $70 \mu\text{m}$  を超えると、コート層 3 にクラックが生じる場合がある。尚、コート層 3 の非侵入部 3 a の厚さ  $T_3$  の下限は、特に限定されないが、製造のしやすさ等を考慮すると、 $5 \mu\text{m}$  程度を下限値とすることが好ましい。尚、コート層 3 の非侵入部 3 a の厚さは、SEM（走査型電子顕微鏡）により観察し、測定した。

#### 【0030】

本発明において、コート層 3 は、八ニカム基材 2 の外周壁 6 の外側表面の全体に配設されていてもよいし、一部に配設されていてもよい。例えば、図 1 及び図 2 に示す実施形態においては、八ニカム基材 2 の外周壁 6 の外側表面の内、八ニカム基材 2 の両端面（入口端面 11 及び出口端面 12）の近傍部分を除く部分に、コート層 3 を帯状に配設している。これは、八ニカム構造体 1 への触媒の担持を、八ニカム基材 2 の両端面の近傍部分をチャック（把持）した状態で行うことを想定した実施形態である。即ち、このような状態で、触媒スラリーをセル 5 内に導入した場合、八ニカム基材 2 の外周壁 6 の外側表面の内、チャックされている部分からは触媒スラリーが染み出さないため、当該部分にコート層 3 が配設されていなくても、触媒担持工程における作業性は悪化しない。

#### 【0031】

コート層 3 は、Si（珪素）を含むことが好ましい。この場合、Si は、SiC 粒子や  $\text{SiO}_2$  粒子のような粒子の状態でもよいし、シリコン系撥水材料のような撥水材料の成分としてコート層に含まれていてもよい。コート層 3 に Si が含まれることにより、触媒スラリーの染み出し防止効果が向上する。コート層 3 に含まれる Si の量は、コート層 3 全体の 10 ~ 30 質量% であることが好ましい。コート層 3 に含まれる Si の量がコート層 3 全体の 10 質量% 未満であると、触媒スラリーの染み出し防止効果を向上させる作用が十分に発揮されないことがある。また、コート層 3 に含まれ

るSiの量がコート層3全体の30質量%より多いと、コート層3の耐熱衝撃性が低下することがある。

【0032】

また、コート層3は、更にTi(チタン)を含むことが好ましい。ハニカム構造体は、製品管理を容易にするため、寸法、質量等の情報が、外周面にバーコード等で表示されることがある。ここで、情報を表示する方法としては、ハニカム構造体の外周面にレーザー光を照射する方法(レーザーマーキング)が広く用いられている。この場合、Tiを含む材料の表面に、レーザー光を照射すると、照射された部分が黒く発色する。このため、Tiが含まれているコート層の表面に、レーザー光を照射する方法で情報を表示すると、高コントラストで情報を表示でき、バーコードリーダー等で情報を読み取る際の読取率が向上する。コート層3に含まれるTiの量は、コート層3全体の10~30質量%であることが好ましい。コート層3に含まれるTiの量がコート層3全体の10質量%未満であると、レーザーマーキングで情報を表示(印字)する際に、印字が薄くなり(レーザー光が照射された部分が十分に発色せず)、情報の読取率を向上させる作用が十分に発揮されないことがある。また、コート層3に含まれるTiの量がコート層3全体の30質量%より多いと、侵入部3bの厚さT2の厚さが厚くなり、コート性が悪化することがある。

10

【0033】

外周壁の外側表面への触媒スラリーの染み出しや、強度不足の問題は、気孔率が50%以上であるような高気孔率のハニカム構造体において特に顕著となる。よって、本発明は、気孔率が50~75%のハニカム基材を用いた場合に有用性が高く、気孔率が59~67%のハニカム基材を用いた場合に特に有用である。尚、ここで言う「気孔率」は、水銀ポロシメータによって測定された値である。また、このような高気孔率のハニカム構造体の代表的な用途として、触媒を担持して使用するタイプのGPFが挙げられる。よって、本発明のハニカム構造体は、このようなGPFに、特に好適に使用することができる。ただし、本発明のハニカム構造体は、このようなGPFに限定されるものではなく、各種フィルタや触媒担体等に広く使用することができる。

20

【0034】

ハニカム基材2の材料としては、炭化珪素、珪素-炭化珪素系複合材料、コーゼライト、ムライト、アルミナ、スピネル、炭化珪素-コーゼライト系複合材料、リチウムアルミニウムシリケート、アルミニウムチタネート等のセラミック材料が好ましい。これらの中でも、コーゼライトが特に好ましい。ハニカム基材2の材料がコーゼライトであると、熱膨張係数が小さく、耐熱衝撃性に優れたハニカム構造体を得ることができるためである。

30

【0035】

ハニカム基材2(隔壁4及び外周壁6)の平均細孔径は、10~30 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、15~25 $\mu\text{m}$ であることが特に好ましい。ハニカム基材2の平均細孔径が10 $\mu\text{m}$ 未満では、ハニカム構造体1の圧力損失が高くなりすぎて、GPFとして用いた場合に、エンジンの出力低下を招くことがある。また、ハニカム基材2の平均細孔径が30 $\mu\text{m}$ を超えると、十分な強度が得られないことがある。尚、ここで言う「平均細孔径」は、水銀ポロシメータによって測定された値である。

40

【0036】

ハニカム基材2の隔壁4の厚さは、150~350 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、200~310 $\mu\text{m}$ であることが特に好ましい。隔壁4の厚さが150 $\mu\text{m}$ 未満であると、十分な強度が得られないことがある。また、隔壁4の厚さが350 $\mu\text{m}$ を超えると、ハニカム構造体1の圧力損失が高くなりすぎて、GPFとして用いた場合に、エンジンの出力低下を招くことがある。

【0037】

ハニカム基材2の外周壁6の厚さは、300~1000 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、500~800 $\mu\text{m}$ であることが特に好ましい。外周壁6の厚さが300 $\mu\text{m}$ 未満であると、十分な強度が得られないことがある。また、外周壁6の厚さが1000 $\mu\text{m}$ を超えると

50

、八ニカム構造体 1 の圧力損失が高くなりすぎて、G P F として用いた場合に、エンジンの出力低下を招くことがある。

【 0 0 3 8 】

八ニカム基材 2 のセル密度は、 $232.5 \sim 620.0$ セル/cm<sup>2</sup>であることが好ましく、 $310.0 \sim 465.0$ セル/cm<sup>2</sup>であることが特に好ましい。セル密度が $232.5$ セル/cm<sup>2</sup>未満であると、G P F として用いた場合に、フィルタとしての有効面積が不足して、P M 堆積後の圧力損失が高くなり、エンジンの出力低下を招くことがある。また、セル密度が $620.0$ セル/cm<sup>2</sup>を超えると、圧力損失が高くなりすぎて、G P F として用いた場合に、エンジンの出力低下を招くことがある。

【 0 0 3 9 】

八ニカム基材 2 の形状（外形）は、特に限定されず、例えば、円柱状、楕円柱状、多角柱状等の形状とすることができる。また、セル 5 の八ニカム基材 2 の長さ方向に対して垂直な断面における形状（以下、「セル形状」という。）も特に限定されないが、四角形、六角形、八角形等の多角形あるいはそれらを組み合わせたもの、例えば四角形と八角形を組み合わせたもの等が好ましい。

【 0 0 4 0 】

本発明の八ニカム構造体 1 を G P F 等の P M 捕集フィルタに用いる場合には、図 4 及び図 5 に示すように、所定のセル 5 a の入口端面 1 1 側の開口端部及び残余のセル 5 b の出口端面 1 2 側の開口端部を目封止する目封止部 9 を形成することが好ましい。このように、八ニカム基材 2 の各セル 5 の一方の開口端部を目封止部 9 にて目封止することにより、八ニカム構造体 1 は、高い P M 捕集効率を持ったウォールフロー型フィルタとなる。このウォールフロー型フィルタにおいては、入口端面 1 1 からセル 5 内に流入した排ガスが、隔壁 4 を透過した後、出口端面 1 2 からセル 5 外に流出する。そして、排ガスが隔壁 4 を透過する際に、隔壁 4 が濾過層として機能し、排ガス中に含まれる P M が捕集される。尚、目封止部 9 は、入口端面 1 1 と出口端面 1 2 とが、それぞれ、目封止部 9 によって開口端部が目封止されたセル 5 と、目封止部 9 によって開口端部が目封止されていないセル 5 とにより、市松模様を呈するような配置となるように形成されることが好ましい。

【 0 0 4 1 】

目封止部 9 の材質は、八ニカム基材 2 の材質として好ましいとされた材質であることが好ましい。目封止部 9 の材質と八ニカム基材 2 の材質とは、同じ材質であってもよいし、異なる材質であってもよい。

【 0 0 4 2 】

本発明の八ニカム構造体 1 は、八ニカム基材 2 の隔壁 4 に触媒を担持して使用することを想定したものである。ここで、八ニカム基材 2 の隔壁 4 に担持させる触媒の種類は特に限定されないが、例えば、自動車排ガス浄化用途に用いる場合、貴金属を用いることが好ましい。貴金属としては、白金、ロジウム若しくはパラジウム、又はこれらを組み合わせたものが好ましい。これら貴金属の担持量は、八ニカム構造体 1 の単位体積当たり、 $0.3 \sim 3.5$  g / L とすることが好ましい。

【 0 0 4 3 】

貴金属等の触媒は、隔壁 4 に高分散状態で担持させるため、予めアルミナのような比表面積の大きな耐熱性無機酸化物に一旦担持させた後、八ニカム基材 2 の隔壁 4 に担持させることが好ましい。尚、触媒を担持させる耐熱性無機酸化物としては、アルミナ以外に、用途によってはゼオライト等を用いることもできる。また、貴金属等の触媒は、セリア、ジルコニア、あるいはこれらの複合酸化物等からなる助触媒に固定化した上で、八ニカム基材 2 の隔壁 4 に担持させてもよい。

【 0 0 4 4 】

尚、本発明の八ニカム構造体は、八ニカム基材の外周壁が、隔壁と一体的に形成されたものではなく、隔壁と別個に形成されたものであってもよい。ここで、「隔壁と別個に形成された」とは、八ニカム基材の製造工程において、八ニカム基材の外周壁となる部分の形成が、隔壁となる部分の形成よりも後に行われたことを意味する。既述のとおり、隔壁

10

20

30

40

50

と外周壁とが別個に形成された八ニカム構造体の隔壁に触媒を担持させる場合においても、外周壁の気孔率が35%以上であると、セル内に導入した触媒スラリーが、外周壁の外側表面に染み出すことがある。しかし、本発明のように所定のコート層が配設されていると、八ニカム構造体を構成する八ニカム基材の外周壁が、隔壁と別個に形成されたものであり、かつ、その外周壁の気孔率が35%以上である場合においても、触媒スラリーの染み出しを効果的に防止できる。

【0045】

八ニカム基材の外周壁が、隔壁と別個に形成されたものである場合、外周壁の気孔率と隔壁の気孔率とは、同一であってもよいし、異なってもよい。また、この場合、外周壁の平均細孔径と隔壁の平均細孔径とは、同一であってもよいし、異なってもよい。更に、この場合、外周壁の材質と隔壁の材質とは、同一であってもよいし、異なってもよい。尚、ここで言う「気孔率」及び「平均細孔径」は、水銀ポロシメータによって測定された値である。

10

【0046】

(2) 八ニカム構造体の製造方法：

本発明に係る八ニカム構造体の製造方法の一例について説明する。まず、八ニカム基材を作製するために、セラミック原料を含有する成形原料を作製する。セラミック原料は、炭化珪素、珪素-炭化珪素系複合材料、コージェライト化原料、ムライト、アルミナ、スピネル、炭化珪素-コージェライト系複合材料、リチウムアルミニウムシリケート及びアルミニウムチタネートからなる群から選択される少なくとも1種であることが好ましい。これらの中でも、熱膨張係数が小さく、耐熱衝撃性に優れたコージェライト化原料が好ましい。尚、コージェライト化原料とは、シリカが42~56質量%、アルミナが30~45質量%、マグネシアが12~16質量%の範囲に入る化学組成となるように配合されたセラミック原料である。コージェライト化原料は、焼成されることにより、コージェライトとなる。

20

【0047】

成形原料は、前記のようなセラミック原料に、分散媒、有機バインダ、無機バインダ、造孔材、界面活性剤等を混合して調製することが好ましい。各原料の組成比は、特に限定されず、作製しようとする八ニカム基材の構造、材質等に合わせた組成比とすることが好ましい。

30

【0048】

次に、成形原料を混練して坯土を形成する。成形原料を混練して坯土を形成する方法には、特に制限はない。好適な方法としては、例えば、ニーダー、真空土練機等を用いる方法を挙げることができる。

【0049】

次いで、格子状のスリットが形成された口金を用いて、坯土から、隔壁と外周壁が一体となった八ニカム成形体を押出成形し、この八ニカム成形体を乾燥する。乾燥方法は、特に限定されるものではない。好適な乾燥方法としては、例えば、熱風乾燥、マイクロ波乾燥、誘電乾燥、減圧乾燥、真空乾燥、凍結乾燥等を挙げることができる。これらの内でも、誘電乾燥、マイクロ波乾燥、熱風乾燥を単独で又は組合せて行うことが好ましい。

40

【0050】

続いて、乾燥後の八ニカム成形体(八ニカム乾燥体)を焼成して、八ニカム基材を作製する。尚、この焼成(本焼成)の前に、八ニカム成形体中に含まれているバインダ等を除去するため、仮焼(脱脂)を行うことが好ましい。仮焼の条件は、特に限定されるものではなく、八ニカム成形体中に含まれている有機物(有機バインダ、界面活性剤、造孔材等)を除去することができるような条件であればよい。一般に、有機バインダの燃焼温度は100~300程度、造孔材の燃焼温度は200~800程度である。そのため、仮焼の条件としては、酸化雰囲気において、200~1000程度で、3~100時間程度加熱することが好ましい。八ニカム成形体を焼成(本焼成)する条件(温度、時間、雰囲気等)は、成形原料の種類により異なるため、その種類に応じて適当な条件を選択すれば

50

よい。例えば、コーゼライト化原料を使用している場合には、焼成温度は、1410～1440 が好ましい。また、焼成時間は、最高温度でのキープ時間として、4～8時間程度とすることが好ましい。仮焼、本焼成を行う装置は、特に限定されない。好適な装置としては、例えば、電気炉、ガス炉等を挙げることができる。

#### 【0051】

目封止部を備えるハニカム構造体を作製する場合には、ハニカム基材に目封止部を形成する。目封止部は、所定のセルの一方の端面（入口端面）側の開口端部及び残余のセルの他方の端面（出口端面）側の開口端部を目封止するように形成する。この目封止部の形成には、従来公知の方法を用いることができる。具体的な方法の一例としては、まず、前記のような方法で作製したハニカム基材の端面にシートを貼り付ける。次いで、このシートの、目封止部を形成しようとするセルに対応した位置に穴を開ける。次に、このシートを貼り付けたままの状態、目封止部の形成材料をスラリー化した目封止用スラリーに、ハニカム基材の端面を浸漬し、シートに開けた孔を通じて、目封止しようとするセルの開口端部内に目封止用スラリーを充填する。こうして充填した目封止用スラリーを乾燥した後、焼成して硬化させることにより、目封止部が形成される。目封止部の形成材料には、ハニカム基材の形成材料と同じ材料を用いることが好ましい。尚、目封止部の形成は、ハニカム成形体の乾燥後、仮焼後あるいは焼成（本焼成）後の何れの段階で行ってもよい。

10

#### 【0052】

次に、こうして作製されたハニカム基材の外周壁の平均細孔径より小さい平均粒子径を有する粒子を含むコート層形成用スラリーを調製する。コート層形成用スラリーに含有させる粒子としては、炭化珪素、シリカ、窒化珪素、コーゼライト、アルミナ、ムライト、ジルコニア等の無機粒子が好ましく、炭化珪素、シリカ等のSiを含む粒子が特に好ましい。コート層形成用スラリーは、このような粒子の他、粒子を外周壁の細孔内面に結合させることが可能な結合材を含み、それらを水に希釈したものであることが好ましく、更、分散剤、消泡剤を適宜、含ませてもよい。結合材としては、シリカゾル、アルミナゾル等のコロイダルゾルや膨潤して結合性を示す層状化合物等が好適に使用できる。

20

#### 【0053】

このようなコート層形成用スラリーをハニカム基材の外周壁の外側表面に塗布して乾燥することによりコート層を配設する。コート層形成用スラリーの塗布に当たっては、当該スラリーの一部が、外周壁の細孔内に侵入し、その侵入している部分の厚さが、外周壁の厚さの1～90%となるように制御する。例えば、ローラーを用いてコート層形成用スラリーの塗布を行う場合には、ローラーを外周壁に押し付ける圧力や、ローラーの回転数等によって、前記のような制御を行うことができる。尚、コート層形成用スラリーの代わりに、撥水材料をハニカム基材の外周壁の外側表面に塗布し、加熱、光照射等による硬化処理を施してコート層を配設してもよい。この場合、撥水材料としては、シリコン系撥水材料のようなSiを含むものが好ましい。また、コート層を、外周壁の外側表面の一部に配設する場合には、外周壁の外側表面のコート層を形成しない部分をテープ等でマスクングしてから、コート層形成用スラリーや撥水材料の塗布を行うことが好ましい。

30

#### 【0054】

こうしてハニカム基材の外周壁の外側表面に、コート層を形成することにより、本発明のハニカム構造体を得られる。本発明のハニカム構造体に触媒を担持させる場合は、貴金属等の触媒を含む触媒スラリーを、吸引法等の従来公知の触媒担持方法を用いて、隔壁の表面や細孔に付着させた後、高温処理を施して、触媒スラリーに含まれる触媒を隔壁に焼き付けることが好ましい。

40

#### 【実施例】

#### 【0055】

以下、本発明を実施例に基づいて更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

#### 【0056】

（実施例1～20並びに比較例1及び2）

50

タルク、カオリン、アルミナを主原料とするコーゼライト化原料に、造孔材、バインダ、界面活性剤、及び水を加えて、成形原料を作製し、それを真空土練機で混練して坏土を得た。造孔材としては澱粉を用いた。また、バインダとしては、メチルセルロース及びヒドロキシプロポキシメチルセルロースを用いた。界面活性剤としては、ラウリン酸ナトリウムを用いた。各原料の添加量は、コーゼライト化原料 100 質量部に対して、造孔材 5 質量部、メチルセルロース 3 質量部、ヒドロキシプロポキシメチルセルロース 3 質量部、界面活性剤 1 質量部、水 32 質量部とした。

**【0057】**

得られた坏土を、ハニカム成形体成形用口金を用いて押出成形し、流体の入口側となる入口端面から流体の出口側となる出口端面まで延びる複数のセルを区画形成する隔壁と、当該隔壁と一体的に形成された外周壁とを有する柱状のハニカム成形体を得た。その後、これらのハニカム成形体をマイクロ波及び熱風で乾燥することにより、ハニカム乾燥体を得た。

10

**【0058】**

次いで、これらハニカム乾燥体の各セルの一方の開口端部に、目封止部を形成した。目封止部の形成は、開口端部に目封止部が形成されたセルと、開口端部に目封止部が形成されていないセルとによって、乾燥体の各端面が、市松模様を呈するように行った。目封止部の形成方法としては、まず、乾燥体の端面にシートを貼り付け、このシートの、目封止部を形成しようとするセルに対応した位置に穴を開けた。続いて、このシートを貼り付けたままの状態、目封止部の形成材料をスラリー化した目封止用スラリーに、乾燥体の端面を浸漬し、シートに開けた孔を通じて、目封止しようとするセルの開口端部に目封止用スラリーを充填した。尚、目封止部の形成材料には、前記成形原料と同じものを用いた。

20

**【0059】**

こうして、セルの開口端部に充填した目封止用スラリーを乾燥した後、これらのハニカム乾燥体を、大気雰囲気にて約 400 で仮焼（脱脂）した。その後、約 1450 で焼成することにより、外周壁が隔壁と一体的に形成されたハニカム基材を得た。得られたハニカム基材は、直径 118.4 mm、長さ 127.0 mm の円柱状であり、セル形状が正方形で、他の構造は、表 1 に示すとおりであった。

**【0060】**

続いて、平均粒子径 0.002  $\mu\text{m}$  のコロイダルシリカ粒子 50 質量部に、 $\text{TiO}_2$  を 25 質量部、及び  $\text{SiC}$  を 25 質量部加え、よく攪拌して、コート層形成用スラリーを調製した。このコート層形成用スラリーを、ハニカム基材の外周壁の外側表面の内、ハニカム基材の両端面の近傍部分を除く部分に、帯状に塗布した。その後、ハニカム基材を乾燥させ、侵入部及び非侵入部の厚みが表 1 に示す値となるようなコート層を配設して、実施例 1 ~ 20 並びに比較例 1 及び 2 のハニカム構造体を得た。尚、コート層形成用スラリーの塗布は、ローラーを用いて行い、ローラーをハニカム基材の外周壁に押し付ける圧力や、ローラーの回転数等によって、侵入部及び非侵入部の厚みを制御した。

30

**【0061】**

（実施例 21 ~ 40 並びに比較例 3 及び 4）

前記実施例 1 ~ 20 並びに比較例 1 及び 2 と同様にして得た坏土を、ハニカム成形体成形用口金を用いて押出成形し、流体の入口側となる入口端面から流体の出口側となる出口端面まで延びる複数のセルを区画形成する隔壁を有するハニカム成形体を得た。その後、これらのハニカム成形体をマイクロ波及び熱風で乾燥することにより、ハニカム乾燥体を得た。

40

**【0062】**

次いで、これらハニカム乾燥体の各セルの一方の開口端部に、前記実施例 1 ~ 20 並びに比較例 1 及び 2 と同様にして、目封止用スラリーを充填し、目封止部を形成した。セルの開口端部に充填した目封止用スラリーを乾燥した後、これらのハニカム乾燥体を、大気雰囲気にて約 400 で仮焼（脱脂）した。その後、約 1450 で焼成し、ハニカ

50

ム焼成体を得た。次に、この八ニカム焼成体の外形が円柱状になるように、その外周を研削加工した。研削加工後、その加工面に、前記成形原料と同材料からなる外周壁形成材料を塗布し、700 で2時間乾燥硬化させて外周壁を形成して、外周壁が隔壁と別個に形成された八ニカム基材を得た。得られた八ニカム基材は、直径118.4 mm、長さ127.0 mmの円柱状であり、セル形状が正方形で、他の構造は、表2に示すとおりであった。

【0063】

続いて、前記実施例1～20並びに比較例1及び2と同様にして得たコート層形成用スラリーを、八ニカム基材の外周壁の外側表面の内、八ニカム基材の両端面の近傍部分を除く部分に、帯状に塗布した。その後、八ニカム基材を乾燥させ、侵入部及び非侵入部の厚みが表2に示す値となるようなコート層を配設して、実施例21～40並びに比較例3及び4の八ニカム構造体を得た。尚、コート層形成用スラリーの塗布は、ローラーを用いて行い、ローラーを八ニカム基材の外周壁に押し付ける圧力や、ローラーの回転数等によって、侵入部及び非侵入部の厚みを制御した。

【0064】

【 表 1 】

	ハニカム基材							コート層		
	外周壁の形態	気孔率 *1 (%)	平均細孔径 ( $\mu\text{m}$ )	隔壁の 厚さ ( $\mu\text{m}$ )	セルピッチ (mm)	外周壁 の厚さ ( $\mu\text{m}$ )	セル密度 (セル/ $\text{cm}^2$ )	侵入部 の厚さ ( $\mu\text{m}$ )	外周壁の厚さに対する 侵入部の厚さの割合 (%)	非侵入部 の厚さ ( $\mu\text{m}$ )
実施例1	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	800	80.0	4
実施例2	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	600	60.0	4
実施例3	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	100	10.0	4
実施例4	隔壁と一体的に形成	50	20	305	1.47	1000	46.5	800	80.0	4
実施例5	隔壁と一体的に形成	70	20	305	1.47	1000	46.5	800	80.0	4
実施例6	隔壁と一体的に形成	50	10	305	1.47	1000	46.5	900	90.0	4
実施例7	隔壁と一体的に形成	65	10	305	1.47	1000	46.5	800	80.0	4
実施例8	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	700	46.5	560	80.0	4
実施例9	隔壁と一体的に形成	65	20	254	1.47	600	46.5	480	80.0	4
実施例10	隔壁と一体的に形成	65	20	241	1.64	400	37.2	320	80.0	4
実施例11	隔壁と一体的に形成	65	20	203	1.34	400	55.8	320	80.0	4
実施例12	隔壁と一体的に形成	65	20	203	1.47	400	46.5	320	80.0	4
実施例13	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	800	80.0	8
実施例14	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	800	80.0	15
実施例15	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	50	5.0	4
実施例16	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	800	80.0	70
実施例17	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	15	1.5	4
実施例18	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	800	80.0	30
実施例19	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	800	80.0	60
実施例20	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	800	80.0	75
比較例1	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	930	93.0	4
比較例2	隔壁と一体的に形成	65	20	305	1.47	1000	46.5	5	0.5	4

\*1：ハニカム基材全体（隔壁及び外周壁）の気孔率

【 0 0 6 5 】

10

20

30

40

【 表 2 】

	ハニカム基材										コート層		
	外周壁の形態	外周壁の 気孔率 (%)	隔壁の 気孔率 (%)	平均細孔径 ( $\mu\text{m}$ )	隔壁の 厚さ ( $\mu\text{m}$ )	セルピッチ (mm)	外周壁 の厚さ ( $\mu\text{m}$ )	セル密度 (セル/ $\text{cm}^2$ )	侵入部 の厚さ ( $\mu\text{m}$ )	外周壁の厚さに対する 侵入部の厚さの割合 (%)	非侵入部 の厚さ ( $\mu\text{m}$ )		
実施例21	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	1600	80.0	4		
実施例22	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	1000	50.0	4		
実施例23	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	400	20.0	4		
実施例24	隔壁と別個に形成	40	40	20	305	1.47	2000	46.5	1600	80.0	4		
実施例25	隔壁と別個に形成	40	70	20	305	1.47	2000	46.5	1600	80.0	4		
実施例26	隔壁と別個に形成	40	50	15	305	1.47	2000	46.5	1600	80.0	4		
実施例27	隔壁と別個に形成	40	40	10	305	1.47	2000	46.5	1600	80.0	4		
実施例28	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	1400	46.5	1120	80.0	4		
実施例29	隔壁と別個に形成	40	65	20	254	1.47	1800	46.5	1440	80.0	4		
実施例30	隔壁と別個に形成	40	65	20	241	1.64	1000	37.2	800	80.0	4		
実施例31	隔壁と別個に形成	40	65	20	203	1.34	1000	55.8	800	80.0	4		
実施例32	隔壁と別個に形成	40	65	20	203	1.47	1000	46.5	800	80.0	4		
実施例33	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	1600	80.0	10		
実施例34	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	1600	80.0	50		
実施例35	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	1600	80.0	70		
実施例36	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	1600	80.0	75		
実施例37	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	1000	50.0	4		
実施例38	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	400	20.0	4		
実施例39	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	200	10.0	4		
実施例40	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	100	5.0	4		
比較例3	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	1860	93.0	4		
比較例4	隔壁と別個に形成	40	65	20	305	1.47	2000	46.5	10	0.5	4		

(評価)

実施例 1 ~ 40 及び比較例 1 ~ 4 の八ニカム構造体について、下記の方法で、「触媒スラリーの染み出し防止効果」、「排ガス浄化性能」、「コート層のクラックの有無」及び「外周壁の強度」の評価を行い、その結果を表 3 及び表 4 に示した。

【0067】

[触媒スラリーの染み出し防止効果]

$Al_2O_3$  を 1200 質量部、 $CeO_2$  を 300 質量部、Pt を 1 質量部、及び水を 15000 質量部混合した後、湿式粉碎して、粘度が約  $2\text{ mPa}\cdot\text{s}$  の触媒スラリーを調製した。八ニカム構造体の両端面の近傍部分(コート層を配設していない部分)をチャックした状態で、八ニカム構造体の入口端面を触媒スラリーに浸漬し、出口端面から吸引して、セル内に触媒スラリーを導入し、隔壁に触媒スラリーを付着させた。また、八ニカム構造体の上下を反転させ、八ニカム構造体の出口端面を触媒スラリーに浸漬し、入口端面から吸引して、セル内に触媒スラリーを導入し、隔壁に触媒スラリーを付着させた。そして、このように、吸引により、セル内に触媒スラリーを導入した際に、触媒スラリーが八ニカム構造体の外周壁の外側表面に染み出しているかどうかを調べた。その結果、触媒スラリーに含まれる水も含め、触媒スラリーが染み出していなかった場合を「優」、触媒スラリーに含まれる水のみが染み出していた場合を「可」、触媒スラリーの成分である  $Al_2O_3$  及び  $CeO_2$  が染み出していた場合を「不可」とした。

10

【0068】

[排ガス浄化性能]

前記のようにして八ニカム構造体の隔壁に付着させた触媒スラリーを、120 で2時間乾燥させた後、550 で1時間加熱して触媒スラリーに含まれる触媒を隔壁に焼き付けた。また、コート層の配設を行わなかった以外は、実施例 1 ~ 40 及び比較例 1 ~ 4 と同様にして、コート層が配設されていない八ニカム構造体を作製し、同様に触媒を隔壁に焼き付けた。こうして、コート層が配設された実施例 1 ~ 40 及び比較例 1 ~ 4 の八ニカム構造体と、コート層が配設されていない以外は実施例 1 ~ 40 及び比較例 1 ~ 4 と同等の八ニカム構造体に、それぞれ触媒を担持させた。これらの八ニカム構造体について、排気量 1.4 L、ストイキ燃焼の直噴ガソリンエンジンにて、NEDC モードで走行した際の、排ガスに含まれる  $NO_x$  の浄化率を測定した。そして、コート層が配設された八ニカム構造体の  $NO_x$  の浄化率が、コート層が配設されていない八ニカム構造体の  $NO_x$  の浄化率の 90% 以上であった場合を「優」とした。また、コート層が配設された八ニカム構造体の  $NO_x$  の浄化率が、コート層が配設されていない八ニカム構造体の  $NO_x$  の浄化率の 90% 未満であった場合を「不可」とした。

20

30

【0069】

[コート層のクラックの有無]

八ニカム構造体のコート層を目視により観察し、クラックの有無を調べた。そして、コート層にクラックが無い場合を「優」、コート層にクラックが有ることが確認されたが、そのクラックが八ニカム基材まで進展していない場合を「可」とした。

【0070】

[外周壁の強度]

実施例 1 ~ 40 及び比較例 1 ~ 4 の八ニカム構造体について、コート層を配設する前の外周壁の強度と、コート層を配設した後の外周壁の強度とを測定した。外周壁の強度の測定は、アルミナ製で球形の錘を、八ニカム構造体の外周壁に対して垂直に落下させるという方法で行った。具体的には、錘の落下の衝撃により、八ニカム構造体の外周壁に破損が生じるまで、錘の重量、落下距離を変化させて落下を繰り返し、外周壁に破損が生じたときの錘の重量と落下距離とから衝撃エネルギーを算出して、それを「外周壁の強度」とした。

40

【0071】

【表 3】

	触媒スラリーの染み出し防止効果	排ガス浄化性能	コート層のクラックの有無	外周壁の強度 (N・m)	
				コート層配設前	コート層配設後
実施例1	優	優	優	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例2	優	優	優	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例3	優	優	優	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例4	優	優	優	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例5	優	優	優	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例6	優	優	優	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例7	優	優	優	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例8	優	優	優	$8.29 \times 10^{-4}$	$9.11 \times 10^{-4}$
実施例9	優	優	優	$5.79 \times 10^{-4}$	$6.37 \times 10^{-4}$
実施例10	優	優	優	$2.25 \times 10^{-4}$	$2.48 \times 10^{-4}$
実施例11	優	優	優	$2.25 \times 10^{-4}$	$2.48 \times 10^{-4}$
実施例12	優	優	優	$2.25 \times 10^{-4}$	$2.48 \times 10^{-4}$
実施例13	優	優	優	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例14	優	優	可	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例15	可	優	優	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例16	優	優	可	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例17	可	優	優	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例18	優	優	可	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例19	優	優	可	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
実施例20	優	優	可	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
比較例1	優	不可	優	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$
比較例2	不可	優	優	$1.90 \times 10^{-3}$	$2.09 \times 10^{-3}$

【 0 0 7 2 】

10

20

30

40

【表 4】

	触媒スラリーの染み出し防止効果	排ガス浄化性能	コート層のクラックの有無	外周壁の強度 (N・m)	
				コート層配設前	コート層配設後
実施例21	優	優	優	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例22	優	優	優	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例23	優	優	優	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例24	優	優	優	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例25	優	優	優	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例26	優	優	優	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例27	優	優	優	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例28	優	優	優	$1.18 \times 10^{-2}$	$1.30 \times 10^{-2}$
実施例29	優	優	優	$1.51 \times 10^{-2}$	$1.66 \times 10^{-2}$
実施例30	優	優	優	$9.53 \times 10^{-3}$	$1.05 \times 10^{-2}$
実施例31	優	優	優	$9.53 \times 10^{-3}$	$1.05 \times 10^{-2}$
実施例32	優	優	優	$9.53 \times 10^{-3}$	$1.05 \times 10^{-2}$
実施例33	優	優	可	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例34	優	優	可	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例35	優	優	可	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例36	優	優	可	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例37	優	優	優	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例38	優	優	優	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例39	優	優	優	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
実施例40	可	優	優	$1.72 \times 10^{-2}$	$1.89 \times 10^{-2}$
比較例3	優	不可	優	$2.72 \times 10^{-2}$	$2.99 \times 10^{-2}$
比較例4	不可	優	優	$2.72 \times 10^{-2}$	$2.99 \times 10^{-2}$

10

20

30

40

## 【0073】

(考察)

「外周壁の強度」は、実施例1～40及び比較例1～4の何れのハニカム構造体についても、コート層配設前に比べ、コート層配設後の方が高くなっていた。また、実施例1～40のハニカム構造体は、「触媒スラリーの染み出し防止効果」が「優」又は「可」で、「排ガス浄化性能」が「優」であった。尚、実施例14、16、18～20、33～36のハニカム構造体は、コート層にクラックが生じていたものの、「触媒スラリーの染み出し防止効果」及び「排ガス浄化性能」は、何れも「優」であった。これは、コート層に生じたクラックが、ハニカム基材まで進展しない程度の軽微なものであったためであると考

50

えられる。一方、コート層の侵入部の厚さが、外周壁の厚さの1%未満である比較例2、4の八ニカム構造体は、「触媒スラリーの染み出し防止効果」が「不可」であった。これは、コート層の侵入部の厚さが薄すぎるため、外周壁の細孔の閉塞が不完全となり、触媒スラリーの染み出しを十分に防止できなかったためであると考えられる。また、コート層の侵入部の厚さが、外周壁の厚さの90%を超える比較例1、3の八ニカム構造体は、「排ガス浄化性能」が「不可」であった。これは、コート層の侵入部の厚さが厚すぎるため、コート層が隔壁の細孔にまで侵入し、当該侵入部における隔壁の細孔内への触媒の担持が妨げられたためと考えられる。

【産業上の利用可能性】

【0074】

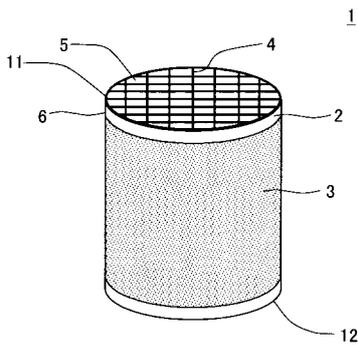
本発明は、ディーゼルエンジンやガソリンエンジンの排ガス中に含まれる粒子状物質を捕集するためのフィルタ等、特に、触媒を担持する必要のあるフィルタ等に好適に使用することができる。

【符号の説明】

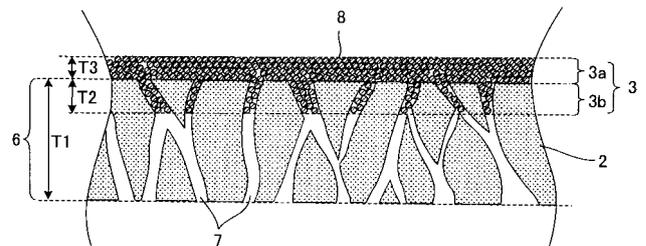
【0075】

1：八ニカム構造体、2：八ニカム基材、3：コート層、4：隔壁、5：セル、6：外周壁、7：細孔、8：粒子、9：目封止部、11：入口端面、12：出口端面。

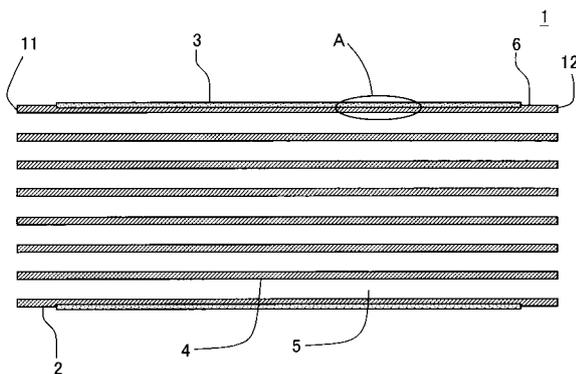
【図1】



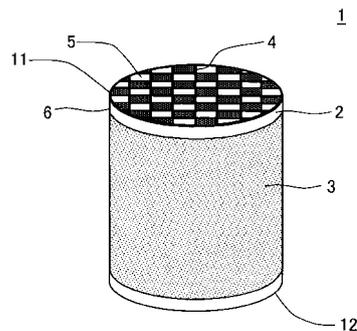
【図3】



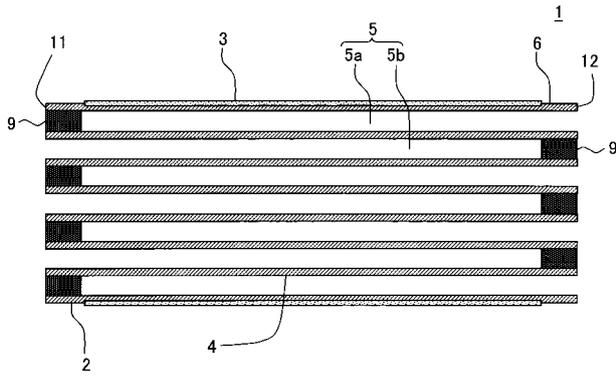
【図2】



【図4】



【 図 5 】



---

 フロントページの続き

(51) Int.Cl.	F I			テーマコード(参考)		
<b>B 0 1 D 39/20 (2006.01)</b>	C 0 4 B	38/00		3 0 3 Z		
<b>F 0 1 N 3/023 (2006.01)</b>	B 0 1 D	39/20			D	
<b>F 0 1 N 3/035 (2006.01)</b>	F 0 1 N	3/02		3 2 1 A		
<b>F 0 1 N 3/022 (2006.01)</b>	F 0 1 N	3/02		3 0 1 C		

F ターム(参考) 4D019 AA01 BA05 BB06 BD01 CA01 CB04 CB06  
 4D058 JA32 JB06 KC62 KC68 SA08 TA06  
 4G019 FA12 FA15  
 4G169 AA01 BA01B BB04B BC43B BC75B CA03 CA18 DA06 EA18 EA26  
 EA27