

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.



# [12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200480017573. X

C04B 35/565 (2006.01)

C04B 38/00 (2006.01)

B01J 35/04 (2006.01)

F01N 3/28 (2006.01)

[45] 授权公告日 2008年6月4日

[11] 授权公告号 CN 100391897C

[22] 申请日 2004.6.23

[21] 申请号 200480017573. X

[30] 优先权

[32] 2003.6.23 [33] JP [31] 178797/2003

[86] 国际申请 PCT/JP2004/009225 2004.6.23

[87] 国际公布 WO2004/113252 日 2004.12.29

[85] 进入国家阶段日期 2005.12.23

[73] 专利权人 揖斐电株式会社

地址 日本岐阜县

[72] 发明人 小森照夫 大野一茂 洪性泰

佐藤宽树

[56] 参考文献

JP2001-334114A 2001.12.4

JP2003-155908A 2003.5.30

JP5-68828A 1993.3.23

审查员 赵建华

[74] 专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事务所

代理人 刘新宇

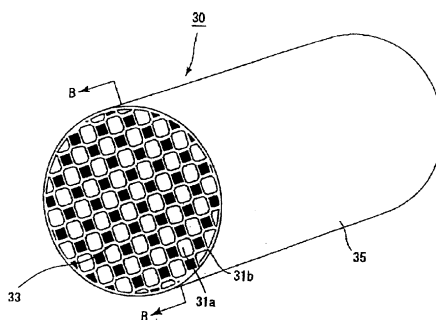
权利要求书 3 页 说明书 58 页 附图 15 页

[54] 发明名称

蜂窝结构体

[57] 摘要

提供一种单位体积的微粒的捕捉量多，即使长期使用，也不产生灰尘的不均匀积蓄和不产生裂纹等的耐久性优良的蜂窝结构体，提出的用由陶瓷和硅构成的硅—陶瓷复合材料形成的蜂窝结构体，是用隔着隔壁并列设置沿长度方向延伸的大容积贯通孔群和小容积贯通孔群这两种贯通孔，由 1 个密封这些贯通孔的某一端部而成的蜂窝结构体的多孔质陶瓷构件或组合多个该多孔质陶瓷构件而构成蜂窝结构体。



1. 一种蜂窝结构体，是由一个柱状的多孔质陶瓷构件构成或是组合多个柱状的多孔质陶瓷构件而成，该柱状的多孔质陶瓷是由隔着隔壁并列设置用于形成腔室的沿长度方向延伸的多个贯通孔、并且将这些贯通孔的某一端部密封而成的，其特征在于，

所述多孔质陶瓷构件通过组合垂直于长度方向的截面中的腔室截面面积的总和相对大的大容积贯通孔群和垂直于长度方向的所述截面中的腔室截面面积的总和相对小的小容积贯通孔群而构成的，

并且该陶瓷构件用由陶瓷和硅构成的硅—陶瓷复合材料形成。

2. 根据权利要求1所述的蜂窝结构体，其特征在于，上述陶瓷构件是在构成该陶瓷构件的陶瓷粒子之间介入硅并使其相接合而成的硅—陶瓷复合材料。

3. 根据权利要求1所述的蜂窝结构体，其特征在于，所述多孔质陶瓷构件的大容积贯通孔的垂直于长度方向的截面的重心间距离与所述小容积贯通孔的垂直于长度方向的截面的重心间距离相等。

4. 根据权利要求2所述的蜂窝结构体，其特征在于，所述多孔质陶瓷构件的大容积贯通孔的垂直于长度方向的截面的重心间距离与所述小容积贯通孔的垂直于长度方向的截面的重心间距离相等。

5. 根据权利要求1~4中任一项所述的蜂窝结构体，其特征在于，所述大容积贯通孔是由孔径的大小比小容积贯通孔的孔径大的贯通孔构成的。

6. 根据权利要求1~4中任一项所述的蜂窝结构体，其特征在于，所述大容积贯通孔构成入侧开口的气体流入侧腔室，所述小容积贯通孔构成出侧开口的气体流出侧腔室。

7. 根据权利要求1~4中任一项所述的蜂窝结构体,其特征在于,所述多孔质陶瓷构件的气孔率是30~80%。

8. 根据权利要求1~4中任一项所述的蜂窝结构体,其特征在于,所述多孔质陶瓷构件的隔壁的表面粗糙度Ra是1.0~30.0  $\mu\text{m}$ 。

9. 根据权利要求1~4中任一项所述的蜂窝结构体,其特征在于,所述多孔质陶瓷构件的隔壁的厚度是0.15~0.45mm。

10. 根据权利要求1~4中任一项所述的蜂窝结构体,其特征在于,所述硅—陶瓷复合材料具有X射线衍射中的Si的波峰的半值宽度是 $0.6^\circ$  或 $0.6^\circ$  以下的特性。

11. 根据权利要求1~4中任一项所述的蜂窝结构体,其特征在于,所述贯通孔由在其一端部被密封材料密封的一侧构成大容积贯通孔群时,其另一端部被密封材料密封的一侧的贯通孔构成小容积贯通孔群的两种贯通孔构成。

12. 根据权利要求1~4中任一项所述的蜂窝结构体,其特征在于,所述贯通孔是多边形。

13. 根据权利要求1~4中任一项所述的蜂窝结构体,其特征在于,所述贯通孔的截面形状是四边形和八边形。

14. 根据权利要求1~4中任一项所述的蜂窝结构体,其特征在于,所述贯通孔的截面角部是圆滑曲线形状或者倒角形状。

15. 根据权利要求1~4中任一项所述的蜂窝结构体,其特征在于,所述小容积贯通孔的垂直于长度方向的截面和大容积贯通孔的垂直于长度方向的截面的面积比(大容积贯通孔截面积/小容积贯通孔截面积)是1.01~9.00。

16. 根据权利要求1~4中任一项所述的蜂窝结构体,其特征在于,所述小容积贯通孔的垂直于长度方向的截面和大容积贯通孔的垂直于长度方向的截面的面积比(大容积贯通孔截面积/小容

积贯通孔截面积), 是1.01~6.00。

17. 根据权利要求1或2所述的蜂窝结构体, 其特征在于, 所述隔壁, 在其表面的至少一部分上具有催化剂涂层。

18. 根据权利要求1或2所述的蜂窝结构体, 其特征在于, 通过介于前述多孔质陶瓷构件彼此间的密封材料层将多个所述多孔质陶瓷构件连接成束而形成1个蜂窝结构体。

19. 根据权利要求1或2所述的蜂窝结构体, 其特征在于, 所述多孔质陶瓷构件含有碳化硅。

20. 根据权利要求1或2所述的蜂窝结构体, 其特征在于, 是用作车辆的含有粒子状物质排放气体净化用过滤器的蜂窝结构体。

## 蜂窝结构体

### 技术领域

本发明涉及去除从狄塞尔发动机等内燃机排出的车辆的排放气体中的微粒等的过滤器和作为催化剂载体使用的蜂窝结构体。

### 背景技术

众所周知，从公共汽车、卡车等车辆和建筑机械等的内燃机排出的排放气体中包含危害环境和人体的微粒，需要去除其微粒的技术。例如，作为这种技术之一，有通过使排放气体中的微粒通过多孔质陶瓷构件来捕集和去除它的排放气体净化用蜂窝结构体（过滤器）。

作为所述陶瓷蜂窝结构体的具体例子，如图10所示，可以举出在多孔质陶瓷构件之间夹着密封材料层124组合多个柱状的多孔质陶瓷构件（部件）130来构成陶瓷部件125，在该陶瓷部件125的周围形成防止排放气体泄漏用密封材料层123而成的陶瓷蜂窝过滤器120。

如图11（a）所示，该蜂窝过滤器120也可以是把柱状的多孔质陶瓷构件130作为结构单位（部件），将多个多孔质陶瓷构件130连接成束而成的过滤器。所述多孔质陶瓷构件130，在排放气体通过将并列设置的多个沿长度方向的贯通孔131彼此隔开的隔壁133（壁流）时，通过去除由该隔壁捕集的微粒，可以发挥作为过滤器的功能。

在多孔质陶瓷构件130上形成的所述贯通孔131，例如，如图11（b）所示，排放气体的入口侧或者出口侧的端部的某一端部被密封材料132密封（最好是方格图案），从开口的贯通孔（单元）

131a的一端部流入的排放气体，通过隔开该贯通孔131a的隔壁133之后，流入相邻的贯通孔（单元）131b，从另一方的端部流出。

再有，设置在外周的密封材料层123，如上所述，是在把蜂窝过滤器120设置在内燃机的排气通路上时，为防止排放气体从陶瓷部件125的外周部漏出而设置的材料层。

这种陶瓷蜂窝过滤器120，由于耐热性优良，再生处理容易，因此现在被用于大型车辆和搭载了狄塞尔发动机的车辆等上。这是因为，当这种蜂窝过滤器120搭载在内燃机的排气通路上时，内燃机排出的排放气体中的微粒，在通过该蜂窝过滤器120时，被隔壁133捕捉（壁流型），达到排放气体的净化。

以前，作为这种排放气体过滤器，由垂直于长度方向的截面的总面积相对大的大容积贯通孔群和截面的总面积相对小的小容积贯通孔群的至少两种贯通孔群构成，通过使排放气体从大容积贯通孔群向小容积贯通孔群流入，谋求到再生之前的时间的长期化。

这些大容积贯通孔和小容积贯通孔，也可以是贯通孔的容积相等，通过变更从截面方向看密封材料的面积比，而且，通过把贯通孔的容积变更成两种以上后，通过变更从垂直于长度方向的截面方向看的密封材料的面积比，即腔室的孔径（截面的面积）而制造的贯通孔。另外，也可以设置容积不同的两种贯通孔，做成容积大的贯通孔（大容积贯通孔）和容积小的贯通孔（小容积贯通孔）两种贯通孔。

作为具有这种贯通孔构造的排放气体过滤器，例如，如日本特公平3—49608号公报（第7页）所述的那样有使用粉体金属或玻璃、陶瓷、树脂、有机聚合物、纸、编织布、玻璃—陶瓷混合物、金属陶瓷等过滤器，尤其有用堇青石制作的狄塞尔发动机用

排放气体过滤器。

图12是示意地表示上述狄塞尔发动机用排放气体过滤器的垂直于长度方向的截面的图。该排放气体过滤器160, 具有在棋盘目的交点上配置了比构成该棋盘目的正正方形还小的四边形那样的截面形状, 由相当于小四边形的小容积贯通孔161b和存在其周围的大容积贯通孔161a构成, 在这些贯通孔之间形成隔壁162a、162b。

另外, 在日本实愿昭56—187890号缩微胶卷中(第4页, 图6), 介绍了由配合二氧化硅、氧化铝、氧化镁而制作的堇青石质构成的, 把流入侧的贯通孔的腔室间距定为大约1.0~2.5mm的排放气体过滤器。

图13是示意地表示上述排放气体过滤器200的垂直于长度方向的截面(下面简单地称为截面)的剖面图。该排放气体过滤器200是由截面的形状为六边形的大容积贯通孔201和在其周围的截面的形状为三角形的小容积贯通孔202的组合构成的过滤器。

再有, 在日本专利第3130587号公报(第1页)介绍了大容积贯通孔的容积率是60~70%、小容积贯通孔的容积率是20~30%, 把大容积贯通孔的腔室节距做成大致2.5~5.0mm的碳化硅制的排放气体过滤器。

再有, 在日本特开2001—334114号公报(第6页)中, 介绍了小容积贯通孔的截面总面积与大容积贯通孔的截面总面积之比的百分率是40~120%的排放气体过滤器。

图14是示意地表示上述排放气体过滤器的垂直于长度方向的截面的剖面图。该排放气体过滤器300, 是在上述截面形状为正六边形的大容积贯通孔301的周围组合上述截面形状为横长六边形的小容积贯通孔302, 在外周附近并存正六边形的大容积贯通孔301和梯形的大容积贯通孔303而成的过滤器。

在现有技术的上述排放气体过滤器中，存在排放气体直接流入的隔壁（以下称“直接流入隔壁”）和排放气体只间接流入的隔壁（以下称“间接流入隔壁”）这两种隔壁。

因此，当该排放气体过滤器开始捕集微粒时，首先，被捕集在排放气体容易直接流入的隔壁上（图16（a）），接着，由于微粒的堆积厚度引起的阻力变高，使得排放气体容易流入到只间接流动的隔壁，（图16（b）），因此在间接流入的隔壁上也堆积了微粒。

这样一来，当局部地看过滤器的壁部时，在直接流入隔壁上容易捕集微粒的初期阶段（图16（a）~图16（b）），在直接流入隔壁上，当与间接流入隔壁比较时，排放气体流量也高。而且，由于被捕集的微粒的量，或者程度相对相同，或者直接流入隔壁的一方多，因此，在直接流入隔壁上，容易引起激烈燃烧。

在下一阶段（图16（b）~图16（c））中，由于微粒被直接流入隔壁捕集，因此，与间接流入隔壁比较，排放气体难以流入直接流入隔壁。即，与直接流入隔壁相比，间接流入隔壁一方的排放气体的流入量相对高。在该状态下，当注目捕集的微粒的量时，与间接流入隔壁相比，直接流入隔壁相对多些、或者是同等程度，因而，气体的流入量高且微粒的捕集量也高的地方，最容易引起激烈的燃烧。即，被认为在直接流入隔壁和间接流入隔壁的双方接触的附近，容易引起激烈的燃烧。

因此，当把这种蜂窝结构体作为排放气体过滤器使用，进行其过滤器的再生处理时，由于产生微粒的燃烧引起的不均匀的温度分布，局部的大的热应力进行作用，因此在上述排放气体过滤器上产生裂纹等致命的缺陷，其结果，存在排放气体过滤器被破坏的问题。另外，即使不至于一下子达到破坏的程度，由于在再生时在局部反复作用热应力，因此，存在排放气体过滤器的再生极限降低的问题。



另外，在长期使用这种排放气体过滤器的时候，包含在排放气体中的灰分（灰尘）的积蓄也成为问题。

也就是说，一般的过滤器，由于微粒的积蓄机理是一定的，因此灰尘的积蓄状况几乎一定，但在使开口率（大和小容积贯通孔）变更的场合，由于微粒的积蓄状况发生变化，因此灰尘的积蓄状态也产生变更，当长期使用时，产生积蓄灰尘的壁面和不积蓄灰尘的壁面，结果引起不均匀的灰尘的积蓄，存在与压力损失的增大相关联的问题。

## 发明内容

本发明是用于解决现有技术存在的上述的问题而作成的，其目的在于，提供单位体积的微粒的捕捉量多，且在长期反复使用时不会产生裂纹等的耐久性优良的蜂窝结构体。

本发明的另一个目的在于，提供即使长期使用也不会引起不均匀积蓄的蜂窝结构体。

本发明人们，为了实现上述目的而进行专心研究的结果，开发了把以下所示的内容作为主要构成的蜂窝结构体

也就是说，本发明的蜂窝结构体是由一个柱状的多孔质陶瓷构件或组合多个柱状的多孔质陶瓷构件而构成的，该柱状的多孔质陶瓷构件是由隔着隔壁并列设置多个沿长度方向延伸贯通孔、并密封这些贯通孔的某一端部而成的，其特征在于，所述蜂窝结构体，一端面的开口面积和另一端面的开口面积不同，所述陶瓷构件用由陶瓷和硅构成的硅—陶瓷复合材料形成。

本发明的蜂窝结构体，其特征在于，所述蜂窝结构体，由在垂直于长度方向的截面中，以使一端面的开口面积的总和相对较大的方式被密封而成的大容积贯通孔群、和以使另一端面中的开口面积的总和相对较小的方式被密封而成的小容积贯通孔群构

成。

另外，本发明是由一个柱状的多孔质陶瓷构件或组合多个柱状的多孔质陶瓷构件的构成的蜂窝结构体，而该柱状的多孔质陶瓷构件是由隔着隔壁并列设置用于形成腔室（一端开口、一端被密封的孔）的多个沿长度方向延伸的贯通孔，并且这些贯通孔的某一端部被密封而成的，其特征在于，所述多孔质陶瓷构件由垂直于长度方向的截面中的腔室截面面积的总和相对较大的大容积贯通孔群和垂直于长度方向的所述截面中的腔室截面面积的总和相对较小的小容积贯通孔群的组合构成，该陶瓷构件用由陶瓷和硅构成的硅—陶瓷复合材料形成。

另外，本发明的蜂窝结构体，所述多孔质陶瓷构件具有大容积贯通孔的垂直于长度方向的截面的重心间距离和所述小容积贯通孔的垂直于长度方向的截面的重心间距离相等的关系。

所述大容积贯通孔，最好是由孔径的大小比小容积贯通孔的孔径大的贯通孔构成，另外，最好是所述大容积贯通孔构成入侧开口的气体流入侧腔室，所述小容积贯通孔构成出侧开口的气体流出侧腔室。

在上述蜂窝结构体中，所述多孔质陶瓷构件，最好隔离贯通孔的壁部即隔壁的气孔率是30~80%，其隔壁的表面粗糙度，用JIS B 0601—2001规定的算术平均粗糙度（Ra）表示，是0.1~30.0  $\mu$ m

另外，在上述蜂窝结构体中，所述多孔质陶瓷构件，希望X射线衍射中的硅（Si）的波峰（ $2\theta=28^\circ$ 附近）的半值宽度是 $0.6^\circ$ 或 $0.6^\circ$ 以下。

在本发明的蜂窝结构体中，所述贯通孔使用在一端部被密封材料密封的贯通孔构成大容积贯通孔群时，其另一端部被密封材料密封的一侧的贯通孔构成小容积贯通孔群这两种贯通孔，希望

其截面是多边形，特别是四边形和八边形为好，该贯通孔的截面的角部，希望做成圆滑曲线形状或者倒角形状，而且，上述小容积贯通孔的垂直于长度方向的截面和大容积贯通孔的垂直于长度方向的截面的面积比（大容积贯通孔截面积/小容积贯通孔截面积），是1.01~9.00。

在隔离上述贯通孔的隔壁的表面上形成催化剂涂敷层。

构成上述蜂窝结构体的陶瓷粒子，优选是碳化硅。

上述蜂窝结构体，优选是通过介于多孔质陶瓷构件彼此间的密封材料层将多个硅—陶瓷复合材料构成的多孔质陶瓷构件连结成束而形成1个结构体的蜂窝结构体。另外，本发明优选用作车辆的含有粒子状物质的排放气体净化用过滤器。

## 附图说明

图1是示意地表示本发明的蜂窝结构体的一个实施例的立体图。

图2(a)是示意地表示构成图1所示的蜂窝结构体的多孔质陶瓷构件的一例的立体图，(b)是(a)所示的多孔陶瓷构件的A—A线剖面图。

图3(a)是示意地表示本发明的蜂窝结构体的另一个实施例的立体图，(b)是(a)所示的蜂窝结构体的B—B线剖面图。

图4(a)~(d)是示意地表示构成本发明的蜂窝结构体的多孔质陶瓷构件的垂直于长度方向的剖面的剖面图，(e)是示意地表示构成现有的过滤器的多孔质陶瓷构件的垂直于长度方向的剖面的剖面图。

图5是示意地表示使用本发明的蜂窝结构体的排放气体净化装

置的一例的剖面图。

图6(a)~(c)是表示从实施例1.1的蜂窝过滤器的入口在不同的位置观察的微粒捕集状况的照片。

图7是表示实施例3.1的蜂窝过滤器的灰尘捕集状况的照片。

图8是表示比较例1.3的蜂窝过滤器的灰尘捕集状况的照片。

图9是表示实施例5.1的蜂窝过滤器的X射线衍射的曲线图。

图10是示意地表示现有的排放气体净化设备用蜂窝结构体的一例子的立体图。

图11(a)是示意地表示构成图10所示的现有的蜂窝结构体的多孔质陶瓷件的一例子的立体图,(b)是(a)所示的多孔质陶瓷构件的C-C线剖面图。

图12是示意地表示现有的蜂窝过滤器的一例子的横向剖面图。

图13是示意地表示现有的蜂窝过滤器的另一例子的横向剖面图。

图14是示意地表示现有的蜂窝过滤器的又一例子的横向剖面图。

图15是示意地表示现有的蜂窝过滤器的再一例子的横向剖面图。

图16是说明现有的蜂窝结构体的微粒的捕集状况的图。

## 具体实施方式

本发明是用隔着隔壁并列设置沿长度方向延伸的用于形成使车辆用排放气体流入的腔室的大容积贯通孔群和小容积贯通孔群

的至少两种贯通孔群，并密封这些贯通孔的某一端部而成的蜂窝结构体，其特征在于，用陶瓷和硅组成的硅-陶瓷复合材料形成该结构体。

作为本发明的更好的实施例的蜂窝结构体，最好是由一个柱状的多孔质陶瓷构件或组合多个该柱状的多孔质陶瓷构件而成，其中，所述柱状的多孔质陶瓷构件是隔着隔壁上并列设置沿长度方向延伸的大容积贯通孔群和小容积贯通孔群的至少两种贯通孔，并将这些贯通孔的某一密封而成的，该结构体的多孔质陶瓷构件是用在构成该构件的陶瓷粒子之间介入金属硅、将陶瓷粒子间接合而成的硅-陶瓷复合材料形成的。

用隔着隔壁沿长度方向并列设置大容积贯通孔群和小容积贯通孔群的至少2种贯通孔，密封这些贯通孔的某一端部而成的蜂窝结构体，适合于捕集大量的微粒，但只要不使过滤器的强度提高，有时就会被热应力破坏。这样的问题，以前认为起因于蜂窝结构体的密度（热容量），但根据发明人等的研究发现，即使是同等程度的密度，在贯通孔的形状不是相同的场合，由于在捕集时或燃烧时产生不均匀，因此产生破损。

因此，在本发明中，对于由垂直于长度方向的截面的面积（例如截面形状）不同的贯通孔群，换言之，大容积贯通孔群和小容积贯通孔群构成的蜂窝结构体，作为多孔质陶瓷构件，由于使用将金属硅作为结合剂而构成该构件的各陶瓷粒子之间间接合而成的硅-陶瓷复合材料，因此防止了因上述的热冲击而产生裂缝。

另外，在上述蜂窝结构体上形成的大量的贯通孔，由垂直于长度方向的截面上的面积的总和，即总腔室截面面积（开口面积）相对大那样形成且上述蜂窝结构体的一端部被密封的大容积贯通孔群和在另一端部被密封的一侧上，上述截面的面积总和，即总腔室截面面积（开口面积）相对小的小容积贯通孔群构成。

在这里，形成排放气体流入的腔室的上述贯通孔，可以构成各贯通孔的在垂直于长度方向的截面上的面积相同，构成大容积贯通孔群的、一端部被密封的贯通孔的数量比构成小容积贯通孔群且另一端部被密封的贯通孔的数量多，也可以构成构成大容积贯通孔群的贯通孔的垂直于长度方向的截面上的面积相对较大，构成小容积贯通孔群的贯通孔的垂直于长度方向的截面上的面积相对较小。

另外，在后者的场合，对构成大容积贯通孔群的贯通孔的数量和构成小容积贯通孔群的贯通孔的数量没有特别的限制，若构成大容积贯通孔群的贯通孔的垂直于长度方向的截面中的面积的总和比构成小容积贯通孔群的贯通孔的垂直于长度方向的截面中的面积的总和大，则，所述两者的数量既可以相同，也可以不同。

也就是说，在本发明中，作为基本单元进行形状的重复，从其基本单元来看，腔室的截面面积比不同。因此，在严密地测定直到外周部的1~2个腔室的场合，包括本发明的场合。在该场合，或者去除外周部的2个腔室后进行测量，或者省略不能进行基本单元的重复的地方进行测量。

例如，贯通孔的垂直于长度方向的截面的形状，在其外周附近傍以外的部分上完全相同，而且对于其截面形状相同的贯通孔，其中某一端部被密封，同时，作为整体各端面的密封部和开放部成方格图案那样配置的蜂窝结构体（例如，参照图10、图11），不包含在本发明的蜂窝结构体中。

在本发明中，作为多孔质陶瓷构件的材料，使用硅—陶瓷复合材料，当使用该复合材料时，不仅提高构件的导热系数，特别由于介于陶瓷粒子之间的硅增大陶瓷粒子之间的结合力，因此，可以有效地防止所述裂纹的发生。

但是，根据发明人们的研究，发现了以下的问题，由使硅介

于陶瓷粒子之间接合陶瓷粒子而成的硅—陶瓷复合材料形成的多孔质陶瓷构件，与不使硅介入的场合相比，具有杨氏弹性模量变低的倾向，当其杨氏弹性模量变低时，由于施加同样的力时的挠曲量变小，因此，在同等程度的狄塞内燃机的振动下或由排放气体的压力引起的振动下，该陶瓷构件的壁部不会挠曲，其结果，积蓄在隔壁上的灰尘难以剥离。

对这种问题专心研究的结果，得出的结论是，为了容易进行上述的灰尘的剥离，把蜂窝结构体（例如，多孔质陶瓷构件）的隔壁的气孔率做成30~80%，或者把隔壁的表面粗糙度（Ra）做成1.0~30.0，或者把隔壁的厚度做成0.15~0.45 μm是有效的。

在本发明中，当使蜂窝结构体的隔壁的气孔率、其表面粗糙度（Ra）、其厚度处于上述那样的数值范围内的场合，在可以捕集大量的微粒的同时，即使积蓄大量的灰尘，也可以容易地进行灰尘的剥离。

在这一点上，现有的排放气体的蜂窝过滤器，虽然使用多孔质陶瓷构件，但使用的是气孔率比较小、杨氏弹性模量也比较低的材料。也就是说，气孔率比较小的现有的过滤器，原样不变的话，不能够容易地进行灰尘的剥离。但是，像本发明那样增大隔壁部的气孔率的场合，促进了排放气体向气孔内壁的流入，其结果，可以导致大的隔壁并促进灰尘的剥离。

而且，根据本发明，由于硅—陶瓷复合材料由具有陶瓷和硅的两种不同物性的材料混合而成，因此，在把气孔率做得比较大的场合，被认为容易剥离积蓄在隔壁上的灰尘。

如上述表明的那样，在本发明中，用由陶瓷和硅构成的材料，尤其是用将具有接合剂作用的硅介于在陶瓷粒子之间来接合粒子而成的硅—陶瓷复合材料形成构成蜂窝结构体的多孔质陶瓷构件，在这一点上是有特征的，特别优选把由这种复合材料构成的

隔壁的气孔率做成比较大的30~80%，更优选的范围是30~65%。

在本发明中；上述的机理不一定是很明确，但在上述气孔率不到30%的场合，只部分地流入排放气体，为了使壁部全体的灰尘剥离，如果不进行足够的振动，被认为是不可能容易地剥离灰尘。

另一方面，在隔壁的气孔率超过80%的场合，排放气体的流入变得容易，但由于振动不但不产生共振反而消失了，因此被认为灰尘的剥离效果降低了。不言而喻，也可以简单地认为是因为灰尘容易挂在壁内上。另外，当气孔率超过80%时，强度下降，在耐热冲击上也变弱。

再有，上述气孔率，可以通过例如水银压入法，阿基米德法及由扫描型电子显微镜(SEM)测定等众所周知的方法进行测定。

在本发明中，上述隔壁的表面粗糙度最好是换算成JIS B 0601—2001中规定的算术平均粗糙度(Ra)时在1.0~30.0 μm的范围内。

在其隔壁的表面粗糙度不到1.0的场合，虽然机理是不明确的，但由于难以进行排放气体的流入，杨氏弹性模量低，因此难以进行排放气体流入引起的振动，灰尘的剥离效果变小。另一方面，在隔壁的表面粗糙度(Ra)超过30.0 μm的场合，容易进行排放气体的流入，但由于振动不能进行共振反而消失了，因此被认为灰尘的剥离效果变小。不言而喻，可以简单地认为灰尘容易被壁内挂住。

另外，在本发明中，从其耐热冲击能力强且容易剥离灰尘方面考虑，壁部的厚度优选在0.15~0.45mm的范围内。

虽然其机理尚不明确，但在壁部的厚度比0.45mm大的场合，由于难以进行排放气体的流入，杨氏弹性模量低，从而难以发生由排放气体流入引起的振动，因此灰尘的剥离效果变小，另一方



面，在壁部的厚度不到0.15mm的场合，排放气体的流入变得容易发生，但由于振动不能进行共振反而消失了，因此被认为灰尘的剥离效果小，而且强度降低且耐热冲击能力弱。

另外，在本发明的蜂窝结构体中，作为介于构成硅—陶瓷复合材料的陶瓷粒子之间用于将陶瓷粒子相互结合的硅，可以使用例如单晶硅、金属硅、非晶硅等，但最好是结晶性高的硅。

具体地讲，上述多孔质陶瓷构件（硅—陶瓷复合材料），希望使用其X射线衍射中的Si的波峰（ $2\theta = 28^\circ$ 附近）的半值宽度是 $0.6^\circ$ 那样的材料。

根据本发明人们的研究，得知使硅介于陶瓷粒子之间并进行接合而成的上述硅—陶瓷复合材料的导热系数，由于上述硅的结晶性而使得到的蜂窝结构体的导热系数变动很大。另外，还得知，即使对于所述的灰尘的剥离去除，越提高结晶性，越能提高灰尘的剥离去除能力。

也就是说，通过提高接合陶瓷粒子的硅的结晶性，在蜂窝结构体的X射线衍射中的Si的波峰（ $2\theta = 28^\circ$ 附近）的半值宽度为 $0.6^\circ$ 或 $0.6^\circ$ 以下的程度上，上述蜂窝结构体的导热系数将成为非常优秀的导热系数。其结果，即使在蜂窝结构体的热扩散性提高，在该蜂窝结构体上产生了温度分布的场合，或者反复进行冷热循环的场合，也不太积蓄剩余的热应力，成为耐热冲击性优良的蜂窝结构体。

另外，硅的结晶性越高，灰尘的剥离去除能力越高。虽然其机理不明确，但通过提高结晶性，容易发生硅自身的晶格振动，也就是说，被认为是由于结晶性高的硅和陶瓷粒子容易共振。

当上述多孔质陶瓷构件的X射线衍射中的Si的波峰（ $2\theta = 28^\circ$ 附近）的半值宽度超过 $0.6^\circ$ 时，由于硅的结晶性低，因此，即使把硅用于陶瓷粒子的接合，蜂窝结构体的导热系数也不会成为

足够的高，耐热冲击性也变得不充分。而且，由于难以进行硅自身的晶格振动，因此被认为硅完全消除了陶瓷粒子的振动。

再有，上述多孔质陶瓷构件的X射线衍射中的Si的波峰（ $2\theta = 28^\circ$ 附近）的半值宽度，最好是 $0.1^\circ$ 或 $0.1^\circ$ 以上。在该波峰的半值宽度不到 $0.1^\circ$ 的场合，由于上述结晶质硅的结晶性过高，当对蜂窝结构体反复进行几次冷热循环时，在陶瓷粒子和结晶质硅的界面上有产生微小裂纹的危险。在这种场合，微小裂纹容易进展成大的裂纹，同时由于硅和陶瓷粒子相互拉扯而难以进行共振，因此，被认为振动容易被消除。

本发明的蜂窝结构体，是由用隔着壁部并列设置多个沿长度方向延伸的贯通孔而成的柱状的多孔质陶瓷构件构成的结构体，但也可以是由通过介于其间密封材料将多个隔着壁部并列设置多个沿长度方向延伸的贯通孔而成的柱状的多孔质陶瓷构件连接成束而成的组合集合体而构成的结构体（下面将其称为“集合体型蜂窝结构体”）。另外，也可以由整体作为单一的构件形成的多孔质陶瓷构件构成（下面将其称为“一体型蜂窝结构体”）。

在为上述集合体型蜂窝结构体的场合，壁部由隔开多孔质陶瓷构件的贯通孔的隔壁和起着多孔质陶瓷构件的外壁及多孔质陶瓷构件之间的粘接材料层作用的密封材料层构成，在为上述一体型蜂窝结构体的场合，只由一种隔壁构成。

图1是示意地表示蜂窝结构体的一例的集合体型蜂窝结构体的具体例的立体图，图2(a)是示意地表示构成图1所示的蜂窝结构体的多孔质陶瓷构件的一例的立体图，(b)是(a)所示的多孔质陶瓷构件的A—A线剖面图。

如图1和图2所示，本发明的蜂窝结构体10（下面简称为“蜂窝过滤器”），由介于多孔质陶瓷构件20彼此之间的密封材料层14将多个多孔质陶瓷构件20连结成束来构成陶瓷部件15，在该陶瓷

部件15的外周部上，设置密封材料层13。

上述多孔质陶瓷构件20，并列设置多个沿其长度方向延伸的贯通孔21，该贯通孔21由垂直于长度方向的截面的面积相对大的大容积贯通孔21a和上述截面的面积相对小的小容积贯通孔21b这两种贯通孔构成，大容积贯通孔21a由密封材料22密封蜂窝过滤器10的排放气体出口侧的端部，小容积贯通孔21b由密封材料22密封蜂窝过滤器10的排放气体入口侧的端部，将这些贯通孔21a、21b间隔开的隔壁23起过滤器的作用。

也就是说，流入大容积贯通孔21a的排放气体，在必定通过这些贯通孔21a、21b间隔开的隔壁23之后，从小容积贯通孔21b流出。

本发明的上述蜂窝过滤器，排放气体流入的大容积贯通孔21a比通过隔壁23之后通过的小容积贯通孔21b的容积大，若与形成完全相同容积的贯通孔的蜂窝过滤器相比，排放气体所通过的隔壁部分的面积（过滤器面积）小。

在这种蜂窝过滤器中，如图6所示，在大容积贯通孔21a的整个隔壁上均匀地积蓄微粒。这被认为是因为排放气体除了从大容积贯通孔21a向小容积贯通孔21b直接流过过滤器的壁（通过直接流入隔壁）之外，还产生通过隔壁内的气孔部分（通过间接流入隔壁）或在孔中形成涡流那样的多样的流动，结果微粒被均匀地积蓄在大容积贯通孔21a的壁上。

作为其结果，由于直接排放气体流入的过滤壁的减小或使排放气体等通过小容积贯通孔内时的阻力变高，若与形成完全相同容积的贯通孔的现有的过滤器相比，初期压力损失差。

该点，在本发明的蜂窝过滤器中，随着使用而在大容积贯通孔21a的壁上均匀地积蓄微粒，在积蓄了与现有的过滤器同量的微粒时，可以使积蓄在过滤器内的流量最多的大容积贯通孔21a和小

容积贯通孔21b之间的隔壁部分上的微粒的厚度减少。从而，从开始使用起随着时间的推移，与形成有完全相同容积的贯通孔的过滤器相比，压力损失变小。

在这样的蜂窝过滤器中，由于可以有效地抑制压力损失的增加，因此与现有的过滤器相比，单位体积的可能捕捉微粒的量变多，到需要过滤器再生时的时间变长。

另外，当微粒（灰尘）的积蓄量变多时，不能继续使用，或者从排气管取出进行逆洗净或者将其废弃，但也可以加长直到需要这种逆洗净为止的期间，成为长寿命。下面，把直到进行逆洗净等为止的期间简称为寿命。

在本发明的蜂窝结构体中，上述的贯通孔使用两种贯通孔，特别最好是使用相邻的大容积贯通孔的截面的重心间距离和相邻的小容积贯通孔的截面的重心间距离相等的贯通孔（参照图4）。

再有，在该场合下，“相邻的大容积贯通孔的截面的重心间距离”是指一个大容积贯通孔的垂直于长度方向的截面中的重心和另一个大容积贯通孔的垂直于长度方向的截面中的重心的最小的距离，而“相邻上述小容积贯通孔的截面的重心间距离”，是指一个小容积贯通孔的垂直于长度方向的截面中的重心和另一个小容积贯通孔的垂直于长度方向的截面中的重心的最小的距离。

因而，大容积贯通孔和小容积贯通孔，用壁部隔开并在上下方向及左右方向上交互并列设置，各方向中的大容积贯通孔的垂直于长度方向的截面的重心和小容积贯通孔的垂直于长度方向的截面的重心总是存在于一条直线上。

从而，所谓“相邻大容积贯通孔的截面中的重心间距离”以及“相邻上述小容积贯通孔的截面的重心间距离”是指在垂直于其长度方向的截面中相替的位于倾斜的方向上并相邻的大容积贯通孔及小容积贯通孔的重心间的距离。

具有这种结构的蜂窝结构体，流入到大容积贯通孔21a中的排放气体，在必定通过将 these 贯通孔21a、21b间隔开的隔壁23之后，从小容积贯通孔21b流出。

另外，在本发明的蜂窝结构体中，最好相邻的大容积贯通孔21a的上述截面的重心间距离和相邻的小容积贯通孔21b的上述截面的重心间距离相等。

根据这种结构，再生时热量均匀扩散的结果，温度分布变得均匀，即使长时间反复使用，也不产生由热应力引起的裂纹，可以提供耐久性优良的过滤器。

再有，在陶瓷部件15的周围形成的密封材料层13，是在将本发明的蜂窝结构体10作为上述蜂窝过滤器使用时，为了防止从陶瓷部件15的外周泄漏排放气体或者为了规整形状而形成的，从而，根据本发明的蜂窝结构体的用途，不一定是必需的。

另外，图3(a)是示意地表示作为本发明的蜂窝结构体的另一个实施例的一体型蜂窝结构体的具体例的立体图，(b)是其B-B线剖面图。

如图3(a)所示，蜂窝过滤器30包含彼此间用壁部33间隔开地并列设置多个沿长度方向延伸的贯通孔31而成的柱状的多孔质陶瓷部件35而构成。

贯通孔31，由垂直于长度方向的截面的面积相对大的大容积贯通孔31a和上述截面的面积相对小的小容积贯通孔31b这两种贯通孔构成，大容积贯通孔31a在蜂窝过滤器30的排放气体出口侧的端部由密封材料32密封，小容积贯通孔31b在蜂窝过滤器30的排放气体入口侧的端部由密封材料32密封，间隔开这些贯通孔31a、31b的壁部33起过滤器的作用。

虽然在图3中没有表示，但是也可以是多孔质陶瓷部件35的周围，与图1所示的蜂窝结构体10同样地形成密封材料层。

在该蜂窝过滤器30中，除了多孔质陶瓷部件35做成作为一个构件而形成的一体构造之外，其他与蜂窝结构体10同样地构成，流入大容积贯通孔31a中的排放气体，通过将贯通孔31a、31b间隔开的壁部33之后，从小容积贯通孔31b流出。

上述实施例的蜂窝过滤器，排放气体流入的大容积贯通孔31a，与通过壁部33之后通过的小容积贯通孔31b相比，相对地容积变大，与形成有完全相同容积的贯通孔的蜂窝过滤器相比，排放气体通过的隔壁部分的面积（过滤面积）变小。

但是，在上述的蜂窝过滤器中，如图6所示，微粒均匀地积蓄在大容积贯通孔31a的整个隔壁上，这被为是因为排放气体除了从大容积贯通孔31a朝向小容积贯通孔31b的直接流过过滤器的壁之外，还产生或者通过隔壁内的气孔部分，或者在孔中形成旋涡那样多样的流动，其结果均匀地积蓄在大容积贯通孔31a的壁上。

作为其结果，由于直接排放气体流入的过滤壁的减少或使排放气体等通过小容积贯通孔内时的阻力变高，与形成有完全相同容积的贯通孔形成的过滤器相比，初期压力损失差一些。

但是，随着不断地使用，在大容积贯通孔31a的壁上均匀地积蓄微粒，当积蓄了与现有的过滤器相同量的微粒时，可以使积蓄在过滤器的流量最多的大容积贯通孔31a和小容积贯通孔31b之间的隔壁部分上的微粒的厚度减少。从而，从使用开始起随着时间推移，与形成有完全同容积的贯通孔的过滤器相比，压力损失变小。

在这种蜂窝过滤器中，由于可以抑制压力损失的增加，因此，与现有的过滤器相比，单位体积的、能捕捉的微粒量变多，到需要过滤器再生为止的期间变长，而且寿命变长。

另外，在上述那样的蜂窝过滤器30中，由于把相邻大容积贯通孔31a的上述截面的重心间距离和相邻的小容积贯通孔31b的上

述截面的重心间距离形成得相等，因此，再生时热量均匀扩散，温度分布容易均匀，即使长时间反复使用，也不会产生由热应力引起的裂纹，成为耐久性优良的过滤器。

在本发明的蜂窝结构体中，如上所述，作为多孔质陶瓷构件，使用在陶瓷粒子之间介入硅而将陶瓷粒子之间接合而成的复合材料。

作为可以在本发明中使用的陶瓷粒子，可以举出例如堇青石、氧化铝、二氧化硅、莫来石、氧化锆、氧化钇等氧化物陶瓷、碳化硅、碳化锆、碳化钛、碳化钽、碳化钨等碳化物陶瓷，氮化铝、氮化硅、氮化硼、氮化钛等氮化物陶瓷等。但不局限性于这些陶瓷。

在本发明的蜂窝结构体是图1所示那样的集合体型蜂窝结构体的场合，优选使用碳化硅。是因为其耐热性高，机械特性及化学稳定性优良，同时导热系数也大。

另外，在本发明的蜂窝结构体是图3所示的一体型蜂窝结构体的场合，优选使用堇青石等氧化物陶瓷。是因为可以廉价地制造，同时热膨胀系数比较小，例如，在把本发明的蜂窝结构体作为上述蜂窝过滤器使用的中途不会被破坏，也不会被氧化。

本发明的蜂窝结构体导热系数，由上述硅的结晶性及使用的陶瓷粒子的种类等决定。例如，在上述陶瓷粒子使用碳化物陶瓷、氮化物陶瓷的场合，导热系数的下限优选是 $3\text{W/m}\cdot\text{K}$ ，上限优选是 $60\text{W/m}\cdot\text{K}$ ，更优选是 $10\sim 40\text{W/m}\cdot\text{K}$ 的范围内。

其理由是因为，当导热系数不到 $3\text{W/m}\cdot\text{K}$ 时，热传导性差，在长度方向上容易具有温度梯度，在整体上容易产生裂纹。另一方面，当超过 $60\text{W/m}\cdot\text{K}$ 时，导热性好，热的扩散变大，温度难以上升。在热的流出侧容易变凉，在流出侧端部上容易具有温度梯度，容易产生裂纹。

另外，在作为陶瓷粒子使用氧化物陶瓷（例如，堇青石）的场合，导热系数的下限优选是 $0.1\text{W/m}\cdot\text{K}$ ，上限是 $10\text{W/m}\cdot\text{K}$ ，更优选在 $0.3\sim 3\text{W/m}\cdot\text{K}$ ，的范围内。

其理由是因为，当导热系数不到 $0.1\text{W/m}\cdot\text{K}$ 时，热传导性差，在长度方向上温度梯度容易得到，在整体上容易产生裂纹。另一方面，当超过 $10\text{W/m}\cdot\text{K}$ 时，热传导性好，但热的扩散变大，温度不容易上升。另外，在热的流出侧容易变凉，在流出侧端部上容易具有温度梯度，容易产生裂纹。

在本发明的蜂窝结构体中，多孔质陶瓷构件的平均气孔径（直径）希望是 $5\sim 100\mu\text{m}$ 左右的大小，其理由是，当平均气孔径不到 $5\mu\text{m}$ 时，在把本发明的蜂窝结构体作为上述蜂窝过滤器使用的场合，有时微粒容易引起孔眼堵塞，另一方面，当平均气孔径超过 $100\mu\text{m}$ 时，微粒穿过气孔，不能够捕集到该微粒，往往不能起到过滤器的作用。

在制造这种陶瓷构件时使用的陶瓷粒子的粒径，希望是在以后的烧结工序中收缩少的粒径。例如，希望是具有100重量份 $0.3\sim 50\mu\text{m}$ 左右的平均粒径的粉末和5~65重量份具有 $0.1\sim 1.0\mu\text{m}$ 左右的平均粒径的粉末组合的陶瓷粒子粉末。其理由是，通过按上述混合比混合这样的粒径的陶瓷粒子粉末，可以有利于制造必要特性的多孔质陶瓷构件。

在本发明的蜂窝结构体中，作为用于密封陶瓷构件的贯通孔的端部的密封材料，优选使用由多孔质陶瓷构成的材料。其理由是因为，通过使上述密封材料为与上述陶瓷构件相同的多孔质陶瓷，可以提高两者的粘接强度。同时通过把密封材料的气孔率调整成与上述的陶瓷部件一样，可以实现上述陶瓷部件的热膨胀率与密封材料的热膨胀率的整合，可以防止由制造时或使用时的热应力在密封材料和壁部之间产生间隙，或者在密封材料或与密封



材料接触的部分的壁部上产生裂纹。

在这样的密封材料由多孔质陶瓷构成的场合，可以使用例如与构成上述的陶瓷构件的陶瓷粒子及硅相同的材料。

在本发明的蜂窝结构体是图1所示那样的集合体型蜂窝结构体的场合，密封材料层13、14形成在多孔质陶瓷构件20之间和陶瓷部件15的外周面上。而且，形成在多孔质陶瓷构件20相互间的密封材料层14具有约束多个多孔质陶瓷构件20间的粘接剂的功能，另一方面，形成在陶瓷部件15的外周面上的密封材料层13，在把本发明的蜂窝结构体作为上述蜂窝过滤器使用的场合，在把本发明的蜂窝结构体10设置在内燃机的排气通路上时，起到用于防止从陶瓷部件15的外周漏出排放气体的密封材料的作用。

作为构成上述密封材料层的材料，例如可以举出由无机粘合剂、有机粘合剂、无机纤维及/或无机粒子构成的材料等。

上述的密封材料层，形成在多孔质陶瓷构件之间及陶瓷部件的外周上，但该密封材料层可以由相同材料构成，也可以是由不同材料构成。在上述密封材料层由相同的材料构成的场合，其材料的配比可以相同，也可以不同。

作为包含在上述密封材料中的无机粘合剂，可以举出例如硅溶胶、氧化铝溶胶等。它们可以单独使用，也可以两种以上并用。在上述无机粘合剂之中，希望使用硅溶胶。

另外，作为包含在上述密封材料中的有机粘合剂，例如可以举出聚乙烯醇、甲基纤维素、乙基纤维素、羧甲基纤维素等。它们可以单独使用，也可以两种以上并用。在上述有机粘合剂之中，希望使用羧甲基纤维素。

再有，作为包含在上述密封材料中的无机纤维，例如可以举出二氧化硅氧化铝、莫来石、氧化铝、二氧化硅等陶瓷纤维等。它们可以单独使用，也可以两种或两种以上并用。在上述有机粘

合剂之中，希望使用二氧化硅氧化铝纤维。

作为包含在上述密封材料中的无机粒子，例如可以举出碳化物、氮化物等，具体地讲，可以举出由碳化硅、氮化硅、氮化硼等构成的无机粉末或者晶须等。它们可以单独使用，也可以两种或两种以上并用。在上述无机粒子之中，希望使用导热性优良的碳化硅。

上述密封材料层14，也可以由致密体构成，在把本发明的蜂窝结构体作为上述蜂窝过滤器使用的场合，最好是多孔质体，使之可以向其内部流入排放气体，但对于密封材料层13，希望是由致密体构成的材料层。其理由是，密封材料层13形成的目的在于，防止在把本发明的蜂窝结构体10放置在内燃机的排气通路中时，排放气体从陶瓷部件15的外周漏出。

图1~图3所示的本发明的蜂窝结构体，是圆柱状的，但对此没有限制，只要是柱状即可，例如，可以是椭圆柱状或角柱状等任意的柱状体。

本发明的蜂窝过滤器，大容积贯通孔及小容积贯通孔的垂直于长度方向的截面（以下简单地称为“截面”）的形状，希望是多边形。其理由是，通过做成多边形，可以使垂直于过滤器的长度方向的截面中的壁部的面积减少，其结果，可以容易地提高大容积贯通孔的截面相对于上述截面的面积比（大容积贯通孔群截面积 / 小容积贯通孔群截面积）（以下简称为开口比率），进而可以实现富于耐久性、长寿命的过滤器。在多边形之中也优选是4边形或4边形以上的多边形，特别是大容积贯通孔的截面形状优选是8边形。当做成圆形或椭圆形时，壁部的截面的面积变大，难以提高开口比率。

再有，也可以只把大容积贯通孔的截面做成4边形、5边形、梯形、8边形等多边形，也可以只把小容积贯通孔做成上述的多边

形，也可以把双方都做成多边形，也可以使各种多边形混合存在。

本发明的蜂窝结构体的上述开口比率，优选是1.01~9.00、更优选是1.01~6.00。其理由是因为，当开口比率不到1.01时，难以产生本发明特有的作用和效果，当超过9.00时，由于通过壁部的排放气体流入的小容积贯通孔的容积过小，因此，压力损失过大。

图4(a)~(d)是示意地表示构成集合型过滤器的多孔质陶瓷构件的截面的一部分的剖面图，图4(e)是示意地表示以往使用的过滤器中的截面的一部分的剖面图。

再有，由于一体型过滤器中的小容积贯通孔及大容积贯通孔的截面形状也成为与集合型过滤器的场合相同的组合，因此，用图4说明本发明的过滤器中的小容积贯通孔及大容积贯通孔的截面形状。

图4(a)~(e)所示的多孔质陶瓷构件过滤器的开口比率分别是1.55(a)、2.54(b)、4.45(c)、9.86(d)、1.00(e)。

另外，在该图中例示的截面形状，大容积贯通孔的垂直于长度方向的截面形状是8边形，小容积贯通孔的截面形状是4边形(正方形)。

上述大容积贯通孔及/或小容积贯通孔的截面的角部，希望形成R(圆滑曲线状)。其理由是因为，可以防止贯通孔的角部上的应力集中，可以防止裂纹产生。

另外，如图4(a)~(d)所示，多孔质陶瓷构件的外周的角部优选实施倒角。其理由是，可以防止角部上的应力集中，可以防止裂纹的产生。

再有，在图4(d)所示的多孔质陶瓷构件70中，大容积贯通孔71a的截面中的重心间距离和小容积贯通孔71b的截面中的重心间距离相等，但上述开口比率非常大，为9.86。该场合，当开口比率超过9.00时，由于通过了壁部73的排放气体流入的小容积贯

通孔71b的容积过小，压力损失过大，因此，如上述那样，希望使用具有气孔率大的隔壁73的多孔质陶瓷构件。

这样构成的蜂窝结构体，最好是不改变贯通孔在全长上的截面。这是因为可以容易地用挤压成型等工艺制造。

本发明的蜂窝结构体，希望作为过滤器（DPF）设置在狄塞尔发动机等内燃机的排气通路上，从其内燃机排出的排放气体的微粒，在通过过滤器时被隔壁捕捉，排放气体被净化。

另外，在把本发明的蜂窝结构体作为上述排放气体净化用蜂窝过滤器使用的场合，也可以在陶瓷部件的壁部上承载当对蜂窝过滤器实施再生处理时，用于促进微粒燃烧的Pt等催化剂。

再有，通过在本发明的蜂窝结构体的陶瓷部件（多孔质陶瓷构件）上，承载例如Pt、Rh、Pd等贵金属或它们的合金等催化剂，可以把本发明的蜂窝结构体作为进行从内燃机等热机械或锅炉等燃烧装置等排出的排放气体中的HC、CO及NO<sub>x</sub>等的净化或液体燃烧或者气体燃烧的改质等的催化剂载体使用。

上述催化剂，可以是能够促进微粒的燃烧或者净化排放气体中的CO、HC及NO<sub>x</sub>等的催化剂，例如，除了上述贵金属之外，最好是还添加了碱金属（元素周期表1族）、碱土类金属（元素周期表2族）、烯土类元素（元素周期表3族）、过渡性金属元素等的催化剂。

再有，在把本发明的蜂窝结构体只作为上述催化剂载体使用的场合，上述密封材料不一定是必要的。

另外，由于催化剂涂敷在陶瓷上，因此可以保留气孔那样地涂敷，也可以涂敷在壁上，但在捕集微粒和再生的场合，希望残留气孔那样地涂敷催化剂。

下面，对本发明的蜂窝结构体的制造方法的一例进行说明。

本发明的蜂窝结构体的结构，如图3所示，在其整体是作为一

体而形成的一体型蜂窝结构体的场合，首先，如上述那样，用以陶瓷粒子和硅为主成分的原料膏进行挤压成型，制作与图3所示的蜂窝过滤器30大致相同形状的陶瓷成型体。

在上述挤压成型中，从设置在挤压成型机的前端部分上的形成有大量细孔的金属制的模具中连续地挤压出上述原料膏，通过切断成规定的长度，可以制作陶瓷成型体，但为了制造本发明的蜂窝结构体，最好是通过在形成于上述模具上的细孔、狭缝等的壁面上进行研磨处理等，调整表面粗糙度。其理由是因为，上述模具的细孔、狭缝的壁面，在挤压成型中是与原料膏直线接触的部分，当其壁面的表面粗糙度大时，制作的陶瓷成型体的贯通孔内壁的表面粗糙度变大，难以经后续工序调整制造的蜂窝过滤器的贯通孔内壁的表面粗糙度。

另外，在本发明中，也可以使用具有造孔作用的造孔材料，调整隔壁的表面粗糙度。

再有，通过调整上述原料膏的粘度、各材料的粒径、配合比等，也能调整表面粗糙度。

上述原料膏，希望制造后的陶瓷构件的气孔率为30~80%，例如可以使用在由陶瓷粒子粉末和粉末硅构成的混合粉末中加入粘合剂和分散剂液的物质。

如本发明那样，在由硅接合陶瓷粒子而成的硅—陶瓷复合材料制造蜂窝结构体的场合，上述粉末硅，优选使用把单晶硅那样的结晶性高的硅粉碎而粉末化了的材料。

上述粉末硅，在后述的脱脂处理后的加热处理中熔化并润湿陶瓷粒子的表面，起接合陶瓷粒子的接合材料的作用。这种硅的配合量，因陶瓷粒子粉末的粒径和形状等因素可适当变化，相对于100重量份上述混合粉末，希望是5~50重量份。

当硅的配合量不到5重量份时，由于粉末硅的配合量过少，不

能充分完成作为结合陶瓷粒子间的接合材料的任务，因此得到的蜂窝结构体（陶瓷构件）的强度不充分。

另一方面，当硅的配合量超过50重量份时，得到的蜂窝结构体过于致密化，气孔率变低，例如，在把本发明的蜂窝结构体作为排放气体净化用蜂窝过滤器使用的场合，微粒捕集中的压力损失立刻变高，有可能不能充分发挥过滤器的功能的危险。

作为包含在上述原料膏中的粘合剂，例如可以使用甲基纤维素、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，通常希望相对于陶瓷粒子粉末100重量份为1~10重量份左右。

作为上述分散剂液，可以使用例如苯等有机溶媒、甲醇等酒精、水等。上述分散剂液被适量地配合，以使原料膏的粘度在一定的范围内。

这些混合粉末、粘合剂及分散剂液，用磨碎机（アトライター）等混合，用混合机等充分混合而成为原料膏之后，挤压成型该原料膏来制作上述陶瓷成型体。

另外，在上述原料膏内，也可以根据需要添加成型助剂。作为上述成型助剂，可以使用例如乙二醇、糊精、脂肪酸皂、多元醇等。

在上述原料膏中，还可以根据需要添加以氧化物类陶瓷为成分的作为微小中空球体的气球或球状丙烯粒子、石墨等造孔剂。

作为上述气球，可以使用例如氧化铝气球、玻璃微气球、白色沙质沉积层物气球、烟灰气球（FA气球）及莫来石气球等。它们之中，优选使用氧化铝气球。

接着，把得到的上述陶瓷成型体用微波干燥机、热风干燥机、感应干燥机、减压干燥机、真空干燥机及冻结干燥机等干燥，在

形成陶瓷干燥体之后，在规定的贯通孔上填充成为密封材料的密封材料膏，对上述贯通孔实施封口处理。

作为上述密封材料（填充材料）膏，例如可以使用与上述原料膏同样的材料，但希望是在上述原料膏上使用的混合粉末中添加了润滑剂、溶剂、分散剂及粘合剂的材料。其理由是，可以防止在上述封口处理的中途密封材料膏中的陶瓷粒子沉降。

接着，把填充了上述密封材料膏的陶瓷干燥体加热到150~700℃左右，去除包含在上述陶瓷干燥体中的粘合剂，实施形成陶瓷脱脂体的脱脂处理。

上述脱脂处理，优选在比上述硅熔融的温度低的温度下实施，其脱脂环境，可以是氧化性环境，也可以是氮或氩等惰性气氛环境。

再有，上述脱脂环境，考虑使用的粘合剂的量和陶瓷粒子的种类等选择最适宜的环境。

接着，把上述陶瓷脱脂体加热到1400~1600℃左右，使粉末硅软化（熔融），制造陶瓷粒子由上述硅接合成的陶瓷多孔体。

在此，在本发明中，为了变更表面粗糙度，调整上述陶瓷干燥体的脱脂及烧结的条件。也就是说，在上述脱脂烧结时，从陶瓷构件中挥发出造孔材料、成型助剂等而往往会产生气孔，但在那时必须使足够的环境气体通过贯通孔内。

再有，上述陶瓷多孔体的X射线衍射中的Si的波峰（ $2\theta = 28^\circ$ 附近）的半值宽度，是超过 $0.6^\circ$ 的宽度，其结晶性低。

把上述陶瓷多孔体进一步加热到1800~2100℃左右，使接合上述陶瓷粒子的硅结晶化，通过做成结晶质硅，可以制造由多孔质陶瓷构成的其整体形成为一体的本发明的蜂窝结构体（陶瓷部件）。

再有，这样制造的蜂窝结构体的X射线衍射中的Si的波峰（ $2$

$\theta = 28^\circ$  附近) 的半值宽度, 成为 $0.6$ 或 $0.6^\circ$  以下, 其结晶性变得非常高。

再有, 在制造X射线衍射中的Si的波峰的半值宽度超过 $0.6^\circ$  那样的用结晶性低的硅接合了陶瓷粒子的蜂窝结构体的场合, 最好采用作为上述的粉末硅使用非结晶质硅那样的结晶性低的硅, 在 $1400 \sim 1600^\circ\text{C}$  的温度范围内加热而由上述硅接合陶瓷粒子的方法。

本发明的蜂窝结构体的构造, 在如图1所示那样, 在是有介于多孔质陶瓷构件彼此间的密封材料层将多个多孔质陶瓷构件连接成束而成的集合体型蜂窝结构体的场合, 首先, 使用以上述的陶瓷粒子和硅为主要成分的原料膏进行挤压成型, 制作图2所示的多孔质陶瓷构件20那样的形状的毛坯成型体。

再有, 上述原料膏, 可以使用与在上述的一体型蜂窝结构体中说明的原料膏同样的原料膏。

接着, 在把上述毛坯成型体用微波干燥机等干燥而成为干燥体之后, 向该干燥体的规定的贯通孔填充成为密封材料的密封材料膏, 对上述贯通孔实施封口处理。

再有, 上述填充材料膏, 可以使用与上述的一体型蜂窝结构体中说明的填充材料膏同样的填充材料膏, 上述封口处理, 除了填充该填充材料膏的对象不同之外, 可以使用与上述的一体型蜂窝结构体的场合一样的方法。

再有, 在与上述的一体型蜂窝结构体相同的条件下对经过了上述封口处理的干燥体实施脱脂处理来制造陶瓷多孔体, 再在与上述一体型蜂窝结构体相同的条件下加热, 进行烧结, 从而可以制造隔着隔壁并列设置多个沿长度方向延伸的贯通孔的多孔质陶瓷构件。

接着, 以均匀的厚度涂布成为密封材料层14的密封材料膏并



以次反复进行层叠其他的多孔质陶瓷构件20的工序，制作规定尺寸的角柱状的多孔质陶瓷构件20的层叠体。

再有，作为构成上述密封材料膏的材料，由于与上述的本发明的蜂窝结构体中说明的相同，故省略其说明。

接着，加热该多孔质陶瓷构件20的层叠体，并使密封材料膏层51干燥、固化来形成密封材料层14，然后，通过使用例如金刚石刀等把其外周部切削成图1所示的形状，制作陶瓷部件15。

然后，通过在陶瓷部件15的外周上用上述密封材料膏形成密封材料层13，可以制造由密封材料层将多个多孔质陶瓷构件连接成束而成的本发明的蜂窝结构体。

另外，在本发明的蜂窝结构体的隔壁表面上也可以设置承载可以促进微粒燃烧并净化排放气体中的CO、HC及NO<sub>x</sub>等的催化剂的催化剂涂层。

作为上述催化剂，可以使用例如白金、钯、铑等贵金属。另外，也可以根据需要，在贵金属中添加碱金属（元素周期表1族）、碱土类金属（元素周期表2族）、镧土类金属（元素周期表3族）、过渡性金属元素等。

所述催化剂涂层，是在陶瓷构件的表面上特别是在构成隔壁的粒子表面上形成的层，至少要求使用由上述贵金属等构成的催化剂，但优选经由高比表面积的氧化铝、氧化锆、二氧化钛、二氧化硅构成的支持材料层承载上述催化剂。

在下面的说明中，以催化剂用白金、支持材料层用氧化铝为例说明催化剂涂层。

首先，作为溶液制作方法，通过用粉碎机等细微地粉碎支持材料的粉末，使支持材料的粉末与溶液搅拌和混合，制作溶液。具体地讲，首先，由溶胶凝胶法等方法制作 $\gamma$ -氧化铝等氧化物的粉末。这时，为了用作催化剂的涂层，最好是具有尽可能高的

比表面积的材料, 优选选择具有 $250\text{m}^2/\text{g}$ 以上的高的比表面积值的材料。从而, 根据比表面积高这一条件, 优选选择 $\gamma$ -氧化铝。

在这些粉末中, 加入 $5\sim 20\text{Wt}\%$ 左右的水和氧化铝、氧化铝溶胶、二氧化硅溶胶那样的无机质的粘合剂和纯水、水、乙醇、二元醇、多价乙醇、乙二醇、环氧乙烷、三乙醇胺、二甲苯等溶剂, 进行粉碎后进行搅拌。

在实际中, 一直粉碎到用作支持材料的氧化物(氧化铝)成为 $500\ \mu\text{m}$ 或 $500\ \mu\text{m}$ 以下的程度为止。通过精细的粉碎, 与由涂敷在隔壁的表面上的现有技术的可洗的涂层形成的催化剂涂层不同, 可以在陶瓷构件的隔壁粒子上均匀地形成氧化铝膜。

接着, 在陶瓷构件的隔壁表面上涂布加入了上述金属氧化物粉末的溶液并使其浸渗, 这时, 在 $110\sim 200^\circ\text{C}$ 下进行2个小时左右加热而使其干燥后进行主烧结。

主烧结的温度, 最好是 $500\sim 1000^\circ\text{C}$ , 处理时间最好是 $1\sim 20$ 小时。当烧结温度低于 $500^\circ\text{C}$ 时, 不进行结晶化, 另一方面, 当烧结温度比 $1000^\circ\text{C}$ 高时, 过度进行结晶, 有表面积降低的倾向。通过测量这些工序前后的质量, 可以计算承载量。

再有, 在进行氧化铝浸渗之前, 希望在陶瓷构件的隔壁上进行提高各个粒子表面的润湿性的处理, 当由HF溶液使碳化硅粒子表面改性时, 能提高与催化剂溶液的润湿性, 形成催化剂涂层后的表面粗糙度高。

接着, 进行白金的承载。在用吸量管只滴下陶瓷构件的吸水量的加入了白金的溶液之后, 在 $110^\circ\text{C}$ 下干燥2小时, 在氮气的环境下在 $500\sim 1000^\circ\text{C}$ 下进行干燥, 可以谋求金属化。

以上说明的本发明的过滤器的用途, 没有特别的限制, 在用于车辆的排放气体净化装置的场合, 希望设置在图5所示的车辆的排放气体净化装置中。该图5是示意地表示设置了本发明的蜂窝结

构体(蜂窝过滤器)的车辆的排放气体净化装置的一例的剖面图。

上述排放气体净化装置600,主要由本发明的蜂窝过滤器60、覆盖该蜂窝过滤器60的外侧的壳体630、配置在蜂窝过滤器60和壳体630之间的保持密封材料620及设置在蜂窝过滤器60的排放气体流入侧的加热机构610构成。在壳体630的导入排放气体的一侧的端部上,连接与发动机等内燃机连结的导入管640,在壳体630的另一端部连接与外部连结的排出管650。并且,图5中,箭头表示排放气体的流向。

另外,图5中的蜂窝过滤器60的构造,可以与图1所示的蜂窝结构体10一样,也可以与图3所示的蜂窝过滤器30一样。

在这样构成的排放气体净化装置600中,从发动机等内燃机排出的排放气体,通过导入管640导入壳体630内,在从蜂窝过滤器60的贯通孔通过壁部(隔壁)并被壁部(隔壁)捕集微粒而被净化之后,通过排出管650排出到外部。

然后,在蜂窝过滤器60的壁部(隔壁)上堆积大量的微粒,当压力损失变高时,进行蜂窝过滤器60的再生处理。

在上述再生处理中,通过使由加热机构610加热的气体流入蜂窝过滤器60的贯通孔的内部,加热蜂窝过滤器60,使堆积在壁部(隔壁)上的微粒燃烧而将其去除。

另外,也可以用后补喷射油方式燃烧去除微粒。

再有,在于蜂窝过滤器60的壁部(隔壁)上承载用于促进微粒的燃烧的Pt等催化剂的场合,为了降低微粒的燃烧温度,可以降低由加热机构610产生的蜂窝过滤器60的加热温度。

下面用具体的实施例更详细地说明本发明的蜂窝结构体,但本发明不局限于这些例示的实施例。

实施例

(实施例1)

实施例1用以下的(A)那样调制的主要含有碳化硅粉末和单晶硅粉末的原料膏A1并用下面(B)中记述的方法制作具有图4(a)~(c)所示的不同的贯通孔截面形状(B1~B3)的3种陶瓷多孔体,同时制作通过密封材料将多个上述陶瓷多孔体连接束而成的3种集合体型蜂窝结构体,将它们作为实施例1.1~1.3。

另外,用原料膏A1制作具有图13、14、15所示的不同的贯通孔截面形状(B4~B6)的3种陶瓷部件,由这些陶瓷部件制作3种一体型蜂窝结构体,将它们定为实施例1.4~1.6,下面进行具体说明。

#### (A) 原料膏A1的调制

混合平均粒径 $30\mu\text{m}$ 的 $\alpha$ 型碳化硅粉末80重量%和平均粒径 $4\mu\text{m}$ 的单结晶硅粉末20重量%,对得到的100重量份混合粉末加入6重量份有机粘合剂(甲基纤维素)、2.5重量份表面活性剂(油酸)、24重量份水并对其进行混合,调制原料膏,把该原料膏作为A1。

#### (B) 集合体型蜂窝结构体的制作

(1) 把在上述(A)中调合了的原料膏A1填充在挤压成型机中,以10cm/分的挤压速度,制作毛坯陶瓷多孔体。

再有,在上述挤压成型中,通过更换设置在挤压成型机的顶端部分上的金属制的模具,制作具有不同的贯通孔截面形状的3种陶瓷多孔体。

(2) 用微波干燥机干燥在上述(1)中制作的3种毛坯陶瓷多孔体,做成陶瓷干燥体之后,把与上述陶瓷多孔体同样组成的密封材料膏填充在规定的贯通孔内,再用干燥机使其干燥后,在氧化环境下在 $550^{\circ}\text{C}$ 下脱脂3小时,得到3种陶瓷脱脂体。

(3) 上述(2)中得到的各陶瓷脱脂体在氩气环境下在 $1400^{\circ}\text{C}$ 加热2小时,使单结晶硅熔融并用硅接合碳化硅粒子。

(4) 然后, 在常压的氩气环境下, 在 $2150^{\circ}\text{C}$ 下烧结处理2小时, 使上述硅结晶化, 制作气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm} \times 34.3\text{mm} \times 150\text{mm}$ , 贯通孔截面形状如4(a)~(c)所示那样的3种(B1~B3)多孔质陶瓷构件。

(5) 调制30重量%的含有纤维长0.2mm的氧化铝纤维、21重量%的平均粒径 $0.6\mu\text{m}$ 的碳化硅粒子、15重量%的二氧化硅溶胶、5.6重量%的羧甲基纤维素及28.4重量%的耐热的密封材料膏。

(6) 用在上述(5)调制的密封材料膏约束在上述(4)中得到的同一种类的多个多孔质陶瓷构件, 接着, 用金刚石刀将其切断, 制作直径是140mm, 贯通孔截面形状为(B1~B3)的3种圆柱形状的陶瓷部件。

这时, 调整成约束上述各多孔质陶瓷构件的密封材料层的厚度为1.0mm。

(7) 接下来, 混合并搅拌由作为无机纤维的氧化铝硅酸盐构成的陶瓷纤维(硬粒含有率: 3%、纤维长: 0.1~100mm) 23.3重量%、作为无机粒子的平均粒径 $0.3\mu\text{m}$ 的碳化硅粉末30.2重量%、作为无机粘合剂的二氧化硅溶胶(溶胶中的 $\text{SiO}_2$ 的含有率: 30重量%) 7重量%、作为有机粘合剂的羧甲基纤维素0.5重量%及水39重量%混合, 调制密封材料膏。

(8) 在用在上述(7)中调制的密封材料膏, 在于上述(6)中得到的3种圆柱状的陶瓷部件的外周面上形成1.0mm的密封材料膏层之后, 在 $120^{\circ}\text{C}$ 下干燥该密封材料膏层, 制作圆柱形状的具有排放气体净化用蜂窝过滤器功能的3种蜂窝结构体。

#### (C) 一体型蜂窝结构体的制作

(1) 用在上述(A)中调合的陶瓷粒子和硅为主要成分的原料膏A1进行挤压成型, 制作与具有图13、14、15所示的贯通孔截

面形状 (B4~B6) 的蜂窝结构体几乎相同形状的陶瓷成型体。

(2) 通过与上述 (B) 的工序 (2) ~ (4) 几乎同样的处理, 制作气孔率是 45%、平均气孔径是  $10\ \mu\text{m}$ 、尺寸是  $34.3\text{mm} \times 34.3\text{mm} \times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状如图 13、14、15 所示的 3 种 (B4~B6) 陶瓷部件。

(3) 在用上述 (B) 工序 (7) 中调制的密封材料膏, 在上述 (2) 中得到的 3 种圆柱状的陶瓷部件的外周面上形成厚度  $1.0\text{mm}$  的密封材料膏层之后, 在  $120^\circ\text{C}$  下对其进行干燥, 制造具有排放气体净化用蜂窝过滤器功能的 3 种蜂窝结构体。

再有, 对上述实施例 1.1~1.6 的蜂窝结构体的贯通孔截面形状 B1~B6 进行说明。

B1 是形成图 4 (a) 所示的集合体型蜂窝结构体的多孔质陶瓷构件 20 的贯通孔截面形状, 具体地讲, 贯通孔的数量 289 个, 隔壁 23 的厚度  $0.4\text{mm}$ , 在一端面上, 只是大容积贯通孔被填充材料密封, 在另一端面上, 只是小容积贯通孔被填充材料密封。

更具体地讲, 大容积贯通孔 21a 的垂直于长度方向的截面上的宽度是  $1.65\text{mm}$ , 小容积贯通孔 21b 的上述截面上宽度是  $1.33\text{mm}$ , 在多孔质陶瓷构件 20 的垂直于长度方向的截面上, 大容积贯通孔 21a 的面积比例是 38.2%, 小容积贯通孔 21b 的面积比例是 24.6%。

在上述多孔质陶瓷构件 20 中, 相邻的大容积贯通孔 21a 的截面的重心间距离及相邻的小容积贯通孔 21b 的上述截面的重心间距离是  $2.68\text{mm}$ , 开口比率是 1.55。

同样地, B2 是形成图 4 (b) 所示的集合体型蜂窝结构体的多孔质陶瓷构件 40 的贯通孔截面形状, 隔壁 43 的厚度是  $0.4\text{mm}$ , 大容积贯通孔 41a 的垂直于长度方向的截面中的宽度是  $1.84\text{mm}$ , 小容积贯通孔 41b 的垂直长度方向的截面中的宽度是  $1.14\text{mm}$ , 在多

孔质陶瓷构件40的垂直长度方向的截面中,大容积贯通孔41a的面积比例是46.0%,小容积贯通孔41b的面积比例是18.1%。

在具有上述B2的多孔质陶瓷构件40中,相邻的大容积贯通孔41a的截面的重心间距离及相邻的小容积贯通孔41b的上述截面的重心间距离是2.72mm。开口比率是2.54。

同样地, B3是形成图4(c)所示的集合体型蜂窝结构体的多孔质陶瓷构件50的贯通孔截面形状,隔壁53的厚度是0.4mm、大容积贯通孔51a的垂直长度方向的截面中的宽度是2.05mm,小容积贯通孔51b的垂直长度方向的截面中的宽度是0.93mm,在多孔质陶瓷构件50的垂直于长度方向的截面中,大容积贯通孔51a的面积比例是53.5%,小容积贯通孔51b的面积比例是12.0%。

在上述B3的多孔质陶瓷构件50中,相邻的大容积贯通孔51a的截面的重心间距离及相邻的小容积贯通孔51b的上述截面的重心间距离是2.79mm,开口比率是4.45。

同样地, B4基本上是形成图13所示的一体型蜂窝结构体的多孔质陶瓷构件的贯通孔截面形状,其多孔质陶瓷构件的隔壁的厚度是0.3mm,大容积(六边形)贯通孔的垂直于长度方向的截面中的宽度(相对的两边之间的距离)是2.25mm,小容积(三角形)贯通孔的垂直于长度方向的截面中的宽度(从一顶点到对边的垂线的长度)是0.825mm,在上述多孔质陶瓷构件的垂直于长度方向的截面中,上述大容积贯通孔的面积比例是58.4%,上述小容积贯通孔的面积比例是10.5%。

在上述B4的多孔质陶瓷构件中,相邻的上述大容积贯通孔的截面的重心间距离是2.60mm,相邻的上述小容积贯通孔的上述截面的重心间距离是1.70mm,开口比率是5.58。

同样地, B5基本上是形成图14所示的一体型蜂窝结构体的多孔质陶瓷构件的贯通孔截面形状,其多孔质陶瓷构件的隔壁的厚

度是0.4mm, 大容积贯通孔的垂直于长度方向的截面中的宽度(相对2边之间的距离)是3.0mm, 小容积贯通孔的垂直于长度方向的截面中的最大宽度是2.14mm, 最小宽度是0.7mm, 在上述多孔质陶瓷构件的垂直于长度方向的截面中, 上述大容积贯通孔的面积比例是44.4%, 上述小容积贯通孔的面积比例是23.2%。

在上述B5的多孔质陶瓷构件中, 相邻的上述大容积贯通孔的截面的重心间距离是4.5mm, 相邻的上述小容积贯通孔的上述截面的重心间距离是2.3mm, 开口比率是1.91。

同样地, B6基本上是形成图15所示的一体型蜂窝结构体的多孔质陶瓷构件400的贯通孔截面形状, 其多孔质陶瓷构件400在其长度方向上并列设置多个贯通孔, 该贯通孔由垂直于长度方向的截面的面积相对大的大容积贯通孔401a、上述截面的面积相对小的小容积贯通孔401b、比大容积贯通孔401a小且比小容积贯通孔401b大的中容积贯通孔402的3种构成, 截面形状大致正方形的大容积贯通孔401a及小容积贯通孔401b, 在过滤器400的排放气体出口侧的端部上被密封材料密封, 截面形状为长方形的中容积贯通孔402, 在过滤器400排放气体入口侧的端部上被密封材料密封, 从大容积贯通孔401a及小容积贯通孔401b流入的排放气体, 在通过隔壁403之后, 从中容积贯通孔402流出, 隔壁403具有作为过滤器的功能。

上述B6的多孔质陶瓷构件的隔壁403的厚度是0.4mm, 大容积贯通孔401a的垂直于长度方向的截面中的宽度是2.36mm, 小容积贯通孔401b垂直于长度方向的截面中的宽度是0.62mm, 中容积贯通孔402的垂直于长度方向的截面中的最大宽度是2.36mm, 最小宽度是0.62mm, 在上述多孔质陶瓷构件的垂直于长度方向的截面中, 大容积贯通孔401a及小容积贯通孔401b的面积比例是41.0%, 中容积贯通孔402的面积比例是20.0%。



也就是说，在B6的多孔质陶瓷构件400中，相邻的大容积贯通孔401a及小容积贯通孔401b的截面的重心间距离是2.67mm，中容积贯通孔402的截面的重心间距离是3.90mm。并且，开口比率是2.03。

#### (比较例1)

除了用主要含有用下面的(C)那样的方法调制的碳化硅粉末的A2以外，进行与实施例1.4~1.6相同的处理来制作具有贯通孔截面形状(B4~B6)的3种陶瓷成型体，由这些陶瓷成型体制作3种陶瓷构造体，将它们作为比较例1.1~1.3。

#### (C) 原料膏A2

混合80重量%平均粒径 $30\mu\text{m}$ 的 $\alpha$ 型碳化硅粉末和20重量%平均粒径 $0.5\mu\text{m}$ 的 $\beta$ 型碳化硅粉末，对得到的100重量份混合粉末，加入6重量份有机粘合剂(甲基纤维素)、2.5重量份表面活性剂(油酸)、24重量份水并对其进行混合来调制原料膏。

对于以上的实施例1.1~1.6和比较例1.1~1.3，进行下面那样的耐热冲击性试验和灰尘捕集试验。

#### (A) 耐热冲击性的评价

把实施例1.1~1.6或比较例1.1~1.3的蜂窝结构体放入电炉中，加热后放入常温(20℃)的水中，使其冷却来产生热冲击，这时，由于产生裂纹时发出声音，用SEM观察发出该声音的情况，确认裂纹的存在，测量其裂纹产生的温度差。将其结果表示在表1中。

#### (B) 耐热冲击性的评价

把实施例1.1~1.6和比较例1.1~1.3的蜂窝结构体设置在配置于发动机的排气通路中的图5所示的排放气体净化装置上，使上述发动机以3000rpm的转速、50Nm的转矩运转规定时间，捕集微粒，然后反复进行再生处理这样的实验，调查在蜂窝结构体上是

否产生裂纹。然后，在产生裂纹时把捕集的微粒的量作为捕集极限 (g/L)。其结果表示在表1中。

### (C) 灰尘捕集的评价

反复进行500次捕集，对实施例1.1~1.6和比较例1.1~1.3的蜂窝结构体直到上述捕集极限后，进行再生的试验。然后切断过滤器，确认灰尘积蓄的情况。

这种灰尘积蓄的情况，是测量位于过滤器的中心部的多孔质陶瓷构件中的入口侧端部附近(离入口端面15mm附近:积蓄量 $\alpha$  mm)和排气侧端部附近(离入口端面125mm附近:积蓄量 $\beta$  mm)的2个地方的灰尘厚度，测量 $\alpha/\beta$ 并作为积蓄量比。其结果在表1中。

[表1]

|            | 原料 | 形状 |       | (A)<br>热冲击试验<br>( $^{\circ}$ C) | (B)<br>捕集极限(g/L) | (C)<br>灰尘的积蓄量<br>比 |
|------------|----|----|-------|---------------------------------|------------------|--------------------|
| 实施例<br>1.1 | A1 | B1 | 图4(a) | 70                              | 10.5             | 0.54               |
| 实施例<br>1.2 | A1 | B2 | 图4(b) | 68                              | 9.7              | 0.53               |
| 实施例<br>1.3 | A1 | B3 | 图4(c) | 65                              | 9.2              | 0.55               |
| 实施例<br>1.4 | A1 | B4 | 图13   | 40                              | 6.6              | 0.7                |
| 实施例<br>1.5 | A1 | B5 | 图14   | 45                              | 7.2              | 0.6                |
| 实施例<br>1.6 | A1 | B6 | 图15   | 45                              | 7.3              | 0.7                |
| 比较例<br>1.1 | A2 | B4 | 图13   | 35                              | 4.0              | 0.8                |
| 比较例<br>1.2 | A2 | B5 | 图14   | 40                              | 6.5              | 0.8                |
| 比较例<br>1.3 | A2 | B6 | 图15   | 35                              | 7.5              | 0.9                |

从表1的结果可知,在由用硅接合作为陶瓷粒子的碳化硅而成的硅—碳化硅复合体构成蜂窝结构体,用其蜂窝结构体作为过滤器的(实施例1.1~1.6)场合,捕集极限中的微粒的捕集量与只由碳化硅形成的过滤器(比较例1.1~1.3)相比,可以捕集更多的微粒,确认了可以使到再生为止的期间变长。

再有,图6(a)~(c)是表示在距上述实施例1.1的蜂窝过滤器的入口分别为15mm(a)、75mm(b)、125mm(c)的位置上观察到微粒的捕集状态的照片,表明微粒均匀地积蓄在大容积贯通孔31a的整个隔壁上。

特别是蜂窝结构体的截面形状是B1~B3那样的实施例1.1~1.3的过滤器,与蜂窝结构体的截面形状是B4~B6那样的比较例1.1~1.3的过滤器相比,在热冲击试验,捕集极限和灰尘的积蓄量比的所有点上,已确认到显示出非常优秀的效果。

蜂窝结构体的截面形状是B4~B6那样的实施例1.4~1.6的过滤器,与具有与它们相同的截面形状的比较例1.1~1.3的过滤器相比,在耐热冲击试验、捕集极限和灰尘的积蓄量比的所有点上,只是表示出稍微优良的效果。

从该结果可知,把由硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件做成截面形状为B1~B3的场合,产生了更优良的作用和效果。

#### (实施例2)

实施例2与实施例1.1~1.6一样,在用由硅接合碳化硅而成的硅—碳化硅复合材料构成的多孔质陶瓷构件的前提下,制作使气孔率变化的陶瓷构件,将它们作为实施例2.1~2.5。

再有,该实施例2.1~2.5中的多孔质陶瓷构件的形状,固定化为上述贯通孔截面形状与B1(图4(a))相同的形状,通过调整形成其构件的材料(原料膏)制作5种不同的蜂窝结构体。

(1)首先,混合80重量%的作为比较大的平均粒子直径的原

料粉末的平均粒径为 $20\mu\text{m}$ 的 $\alpha$ 型碳化硅粉末（将其定为“粉末体A”）和20重量%的较小的平均粒子直径的原料粉末的平均粒径为 $6\mu\text{m}$ 单结晶硅粉末（将其定为“粉末体B”），对得到的100重量份混合粉末，加入6重量份作为成型助剂的甲基纤维素、2.5重量份作为分散溶剂液的油酸、24重量份水、对其搅拌混合后调制成原料膏。

（2）用在上述（1）中得到的原料膏，通过与上述实施例1的（B）（1）~（4）大致相同的处理，制造由气孔率是30%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm} \times 34.3\text{mm} \times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图4（a）所示的B1那样的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件。

（3）接下来，通过与上述实施例的（B）（5）~（8）大致相同的处理，制造圆柱形状的具有排放气体净化用蜂窝过滤器功能的蜂窝结构体，将其作为实施例2.1。

在上述（1）中，混合80重量%的作为粉体A的平均粒径 $30\mu\text{m}$ 的 $\alpha$ 型碳化硅粉末和20重量%的作为粉体B的平均粒径 $4\mu\text{m}$ 的单结晶硅粉末，对得到的100重量份混合粉末，加入6重量份作为成型助剂的甲基纤维素，2.5重量份作为分散溶剂液的油酸，24重量份水，对其进行搅拌混合而成为原料膏、除了使用这种原料膏之外，通过进行与实施例2.1同样的处理，制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm} \times 34.3\text{mm} \times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图4(a)B1那样的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件，制作约束多个这些构件而成的集合体型蜂窝结构体，将其作为实施例2.2。

另外，除了上述实施例2.2中的 $\alpha$ 型碳化硅粉末和单结晶硅之外，按体积比例混合5vol%的平均粒径是 $11\mu\text{m}$ 、纵横比是1的作为造孔材料的丙烯树脂粒子（密度 $1.1\text{g}/\text{cm}^3$ ）（将其定为“粉体

C” ) 来形成原料膏, 除了使用这种原料膏之外, 通过进行与实施例 2.2 同样的处理, 制作由气孔率是 80%、平均气孔径是  $10\ \mu\text{m}$ 、尺寸是  $34.3\text{mm} \times 34.3\text{mm} \times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图 4 (a) 所示的 B1 那样的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件, 制作约束多个这些构件而成的集合体型蜂窝结构体, 将其作为实施例 2.3。

再有, 在上述实施例 2.1 中, 混合 80 重量%的作为粉体 A 的平均粒径  $10\ \mu\text{m}$  的  $\alpha$  型碳化硅粉末和 20 重量%的作为粉体 B 的平均粒径  $6\ \mu\text{m}$  的单结晶硅粉末, 对得到的 100 重量份混合粉末加入 3 重量份作为成型助剂的甲基纤维素, 2.5 重量份作为分散溶剂液的油酸、24 重量份水并将其混合均匀成为原料膏, 除了使用这种原料膏之外, 通过进行与实施例 2.1 同样的处理, 制作由气孔率是 25%、平均气孔径是  $10\ \mu\text{m}$ 、尺寸是  $34.3\text{mm} \times 34.3\text{mm} \times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图 4(a) 所示的 B1 那样的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件, 制作约束多个这种构件而成的集合体型蜂窝结构体, 将其作为实施例 2.4。

另外, 在上述实施例 2.3 中, 按体积比例混合 20vol% 的平均粒径是  $11\ \mu\text{m}$ 、纵横比是 1 那样的作为造孔材料的丙烯树脂粒子 (密度  $1.1\text{g}/\text{cm}^3$ ), 对得到的 100 重量份混合粉末, 加入 15 重量份作为成型助剂的甲基纤维素、2.5 重量份作为分散溶剂液的油酸、24 重量份水, 将其混合而成为原料膏, 使用这种原料膏, 除此之外, 通过进行与实施例 2.3 同样的处理, 制作由气孔率是 85%、平均气孔径是  $10\ \mu\text{m}$ 、尺寸是  $34.3\text{mm} \times 34.3\text{mm} \times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图 4 (a) 所示的 B1 那样的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件, 制造约束多个这些构件而成的集合体型蜂窝结构体, 将其作为实施例 2.5。

对于上述实施例 2.1~2.5, 与上述实施例 1 一样, 进行耐热冲击性试验 (A)、(B) 和灰尘捕集试验 (C), 将其试验结果表示在表 2 中。

[表2]

| 实施例     | 粉体A       | 粉体B      | 粉体C              | 成型助剂   | 分散剂液       | 烧结条件      | 烧结体        | 热冲击试验(°C) | 捕集极限(μL) | 灰尘的积蓄量比 |
|---------|-----------|----------|------------------|--------|------------|-----------|------------|-----------|----------|---------|
| 实施例 2.1 | α-SiC     | 单结晶-Si   |                  | 甲基纤维素  | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10μm | 75        | 11.5     | 0.65    |
|         | 平均粒径 20μm | 平均粒径 6μm |                  |        | 水 24 重量份   | 2 小时      | 气孔率 30%    |           |          |         |
|         | 80Wt%     | 20Wt%    |                  |        |            | 温度 2150°C |            |           |          |         |
| 实施例 2.2 |           | 100 重量份  |                  | 6 重量份  | 26.5 重量份   | 2 小时      |            | 70        | 10.5     | 0.54    |
|         | α-SiC     | 单结晶-Si   |                  | 甲基纤维素  | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10μm |           |          |         |
|         | 平均粒径 30μm | 平均粒径 4μm |                  |        | 水 24 重量份   | 2 小时      | 气孔率 45%    |           |          |         |
| 实施例 2.3 |           | 100 重量份  |                  | 6 重量份  | 26.5 重量份   | 2 小时      |            | 65        | 9.5      | 0.6     |
|         | α-SiC     | 单结晶-Si   | 丙稀               | 甲基纤维素  | 油酸 5 重量份   | 温度 1400°C | 平均气孔径 10μm |           |          |         |
|         | 平均粒径 30μm | 平均粒径 4μm | 平均粒径 11μm        |        | 水 40 重量份   | 2 小时      | 气孔率 80%    |           |          |         |
| 实施例 2.4 |           | 100 重量份  |                  | 10 重量份 | 45 重量份     | 2 小时      |            | 78        | 12       | 0.73    |
|         | α-SiC     | 单结晶-Si   |                  | 甲基纤维素  | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10μm |           |          |         |
|         | 平均粒径 10μm | 平均粒径 6μm |                  |        | 水 24 重量份   | 2 小时      | 气孔率 25%    |           |          |         |
| 实施例 2.5 |           | 100 重量份  |                  | 3 重量份  | 26.5 重量份   | 2 小时      |            | 60        | 9.2      | 0.68    |
|         | α-SiC     | 单结晶-Si   | 丙稀               | 甲基纤维素  | 油酸 5 重量份   | 温度 1400°C | 平均气孔径 10μm |           |          |         |
|         | 平均粒径 30μm | 平均粒径 4μm | 平均粒径 11μm        |        | 水 45 重量份   | 2 小时      | 气孔率 85%    |           |          |         |
|         | 80Wt%     | 20Wt%    | 纵横比 1            |        | 50 重量份     | 温度 2150°C |            |           |          |         |
|         |           |          | 20vol% (C/A+B+C) | 15 重量份 |            | 2 小时      |            |           |          |         |

从表2所示的结果可知，在由用硅接合作为陶瓷粒子的碳化硅而成的硅—碳化硅复合体构成蜂窝结构体，将其蜂窝结构体用作过滤器的场合，在多孔质陶瓷构件的气孔率不到30%和超过80%的实施例中，已确认灰尘的剥离性变差，而且灰尘积蓄在过滤器的从排气侧开始到靠近中央部的壁部上。

也就是说，在气孔率处于30~80%的范围内的场合，确认了灰尘的剥离性是良好的，而且，随着使用，灰尘更多地积蓄在靠近过滤器的排气侧的壁部上，可以降低压力损失。

### (实施例3)

实施例3与实施例2同样，在用由硅接合碳化硅而成的硅—碳化硅复合材料构成的多孔质陶瓷构件的前提下，制作使隔壁的表面粗糙度Ra变化的多孔质陶瓷构件，制作约束多个这些构件而成的集合体型蜂窝结构体，将它们作为实施例 3.1~3.7。

再有，该实施例3.1~3.7中的多孔质陶瓷构件的形状，与实施例2同样地把贯通孔截面形状固定化为与B1(图4(a))相同的形状，通过调整形成该构件的材料(原料膏)，特别是丙烯树脂粒子的纵横比和/或金属模具表面的粗糙度，制造了7种不同的蜂窝结构体。

(1) 首先，除了80重量%的平均粒径 $10\mu\text{m}$ 的 $\alpha$ 型碳化硅粉末和20重量%的平均粒径 $4\mu\text{m}$ 的单结晶硅粉末20重量%之外，还按体积比例混合5vol%的平均粒径是 $11\mu\text{m}$ ，纵横比是1那样的作为造孔材料的丙烯树脂粒子(密度 $1.1\text{g/cm}^3$ )，对得到的100重量份混合粉末，加入6重量份作为成型助剂的甲基纤维素、2.5重量份作为分散溶剂液的油酸、24重量份水并进行混合搅拌，调制成原料膏。

(2) 把在上述(1)中调制的原料膏填充在挤压成型机中，以 $10\text{cm/分}$ 的挤压速度制作毛坯陶瓷多孔体。

再有，在上述挤压成型中，预先把设置在挤压成型机的前端部分上的金属制的模具的狭缝表面的粗糙度Ra加工成 $0.1\mu\text{m}$ 。

(3) 接下来，通过与上述实施例1的(B)(2)~(8)大致同样的处理，制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、贯通孔内壁的表面粗糙度(Ra)是 $1.0\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm}\times 34.3\text{mm}\times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图4(a)所示的B1那样的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件，制作将多个这些构件连接成束而成的圆柱形状的具有排放气体净化用蜂窝过滤器功能的集合体型蜂窝结构体，将其作为实施例3.1。

在上述实施例3.1的(2)的工序中，除了预先使狭缝表面的粗糙度Ra加工成 $1\mu\text{m}$ 以外，还通过与进行实施例3.1同样的处理，制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、贯通孔内壁的表面粗糙度(Ra)是 $5.0\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm}\times 34.3\text{mm}\times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图4(a)所示的B1那样的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件，制造将多个这些构件连接成束而成的圆柱形状的具有排放气体净化用蜂窝过滤器的功能的集合体型蜂窝结构体，将其作为实施例3.2。

除了在上述实施例3.1的(1)的工序中使丙烯树脂粒子的纵横比为1，在(2)的工序中，预先使狭缝表面的粗糙度Ra加工成 $5\mu\text{m}$ 以外，还通过进行与实施例3.1同样的处理，制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、贯通孔内壁的表面粗糙度(Ra)是 $10.0\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm}\times 34.3\text{mm}\times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图4(a)所示的B1那样的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件，制造将多个该多孔质陶瓷构件连接成束而成的圆柱形状的具有排放气体净化用蜂窝过滤器功能的集合体型蜂窝结构体，将其作为实施例3.3。

另外，除了在上述实施例3.1的(1)的工序中，使丙烯树脂粒子



的纵横比为1.5,在(2)的工序中,预先把狭缝表面的粗糙度Ra加工成 $15\mu\text{m}$ 之外,还通过进行与实施例3.1同样的处理,制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、贯通孔内壁的表面粗糙度(Ra)是 $20.0\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm}\times 34.3\text{mm}\times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图4(a)所示的B1那样的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件,制造将多个该多孔质陶瓷构件连接成束而成的圆柱形状的具有排放气体净化用蜂窝过滤器功能的集合体型蜂窝结构体,将其作为实施例3.4。

除了在上述实施例3.1的(1)的工序中,把丙烯树脂粒子的纵横比为2.0,在(2)的工序中,预先把狭缝表面的粗糙度Ra加工成 $20\mu\text{m}$ 以外,通过进行与实施例3.1同样的处理,制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、贯通孔内壁的表面粗糙度(Ra)是 $30.0\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm}\times 34.3\text{mm}\times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图4(a)所示的B1那样的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件,制造将多个这样的构件连接成束而成的圆柱形状的具有排放气体净化用蜂窝过滤器的功能的集合体型蜂窝结构体,将其作为实施例3.5。

再有,除了在上述实施例3.1的(1)工序中,在原料膏中不配合作为造孔材料的丙烯树脂粒子,在(2)的工序中,预先把狭缝表面的粗糙度Ra加工成 $0.1\mu\text{m}$ 以外,通过进行与实施例3.1同样的处理,制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、贯通孔内壁的表面粗糙度(Ra)是 $0.5\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm}\times 34.3\text{mm}\times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图4(a)所示的B1那样的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件,制造将多个该构件连接成束而成的圆柱形状的具有排放气体净化用蜂窝过滤器功能的集合体型蜂窝结构体,将其作为实施例3.6。

另外,除了在上述实施例3.1的(1)的工序中,把丙烯树脂

粒子的纵横比为2.5，在(2)的工序中，预先把狭缝表面的粗糙度Ra加工成 $30\mu\text{m}$ 之外，还通过进行与实施例3.1同样的处理，制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、贯通孔内壁的表面粗糙度(Ra)是 $35.0\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm}\times 34.3\text{mm}\times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图4(a)所示的B1那样的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件，制造将多个该多孔质陶瓷构件连接成束而成的圆柱形状的具有多孔质陶瓷构件净化用蜂窝过滤器功能的集合体型蜂窝结构体，将其作为实施例3.7。

对上述实施例3.1~3.7，与上述实施例1同样地进行耐热冲击性试验(A)、(B)和灰尘捕集试验(C)，其试验结果表示在表3中。

再有，对于实施例3.1(气孔率45%)和比较例1.3(气孔率45%)，表示灰尘积蓄的状况的照片分别表示在图7和图8中。

[表 3]

|         | 粉体 A            | 粉体 B           | 粉体 C            | 成型助剂  | 分散剂液       | 成型条件             | 烧结条件      | 烧结体               | 热冲击试验 (°C) | 捕集极限(g/L) | 灰尘的积蓄量比 |
|---------|-----------------|----------------|-----------------|-------|------------|------------------|-----------|-------------------|------------|-----------|---------|
| 实施例 3.1 | $\alpha$ -SiC   | 单结晶-Si         | 丙稀              | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 金属模具表面粗糙度        | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 $\mu$ m  | 70         | 10.5      | 0.54    |
|         | 平均粒径 10 $\mu$ m | 平均粒径 4 $\mu$ m | 平均粒径 11 $\mu$ m |       | 水 24 重量份   | Ra = 0.1 $\mu$ m | 2 小时      | 气孔率 45%           |            |           |         |
|         | 80Wt%           | 20Wt%          | 纵横比 1           |       |            |                  | 温度 2150°C | Ra = 1.0 $\mu$ m  |            |           |         |
|         | 100 重量份         |                | 5vol% (C/A+B+C) | 6 重量份 | 26.5 重量份   |                  | 2 小时      |                   |            |           |         |
| 实施例 3.2 | $\alpha$ -SiC   | 单结晶-Si         | 丙稀              | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 金属模具表面粗糙度        | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 $\mu$ m  | 70         | 10.5      | 0.28    |
|         | 平均粒径 10 $\mu$ m | 平均粒径 4 $\mu$ m | 平均粒径 11 $\mu$ m |       | 水 24 重量份   | Ra = 1 $\mu$ m   | 2 小时      | 气孔率 45%           |            |           |         |
|         | 80Wt%           | 20Wt%          | 纵横比 1           |       |            |                  | 温度 2150°C | Ra = 5.0 $\mu$ m  |            |           |         |
|         | 100 重量份         |                | 5vol% (C/A+B+C) | 6 重量份 | 26.5 重量份   |                  | 2 小时      |                   |            |           |         |
| 实施例 3.3 | $\alpha$ -SiC   | 单结晶-Si         | 丙稀              | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 金属模具表面粗糙度        | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 $\mu$ m  | 70         | 10.5      | 0.14    |
|         | 平均粒径 10 $\mu$ m | 平均粒径 4 $\mu$ m | 平均粒径 11 $\mu$ m |       | 水 24 重量份   | Ra = 5 $\mu$ m   | 2 小时      | 气孔率 45%           |            |           |         |
|         | 80Wt%           | 20Wt%          | 纵横比 1.3         |       |            |                  | 温度 2150°C | Ra = 10.0 $\mu$ m |            |           |         |
|         | 100 重量份         |                | 5vol% (C/A+B+C) | 6 重量份 | 26.5 重量份   |                  | 2 小时      |                   |            |           |         |

[表 3] (续)

|            |           |          |                 |       |            |               |          |             |    |      |      |
|------------|-----------|----------|-----------------|-------|------------|---------------|----------|-------------|----|------|------|
| 实施例<br>3.4 | α-SiC     | 单结晶-Si   | 丙稀              | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 金属模具表面粗<br>糙度 | 温度 1400℃ | 平均气孔径 10μm  | 70 | 10.5 | 0.3  |
|            | 平均粒径 10μm | 平均粒径 4μm | 平均粒径 11μm       |       | 水 24 重量份   | Ra = 15μm     | 2 小时     | 气孔率 45 %    |    |      |      |
|            | 80Wt%     | 20Wt%    | 纵横比 1.5         |       |            |               | 温度 2150℃ | Ra = 20.0μm |    |      |      |
|            | 100 重量份   |          | 5vol% (C/A+B+C) | 6 重量份 | 26.5 重量份   |               | 2 小时     |             |    |      |      |
| 实施例<br>3.5 | α-SiC     | 单结晶-Si   | 丙稀              | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 金属模具表面粗<br>糙度 | 温度 1400℃ | 平均气孔径 10μm  | 70 | 10.5 | 0.46 |
|            | 平均粒径 10μm | 平均粒径 4μm | 平均粒径 11μm       |       | 水 24 重量份   | Ra = 20μm     | 2 小时     | 气孔率 45 %    |    |      |      |
|            | 80Wt%     | 20Wt%    | 纵横比 2           |       |            |               | 温度 2150℃ | Ra = 30.0μm |    |      |      |
|            | 100 重量份   |          | 5vol% (C/A+B+C) | 6 重量份 | 26.5 重量份   |               | 2 小时     |             |    |      |      |
| 实施例<br>3.6 | α-SiC     | 单结晶-Si   |                 | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 金属模具表面粗<br>糙度 | 温度 1400℃ | 平均气孔径 10μm  | 70 | 10.5 | 0.59 |
|            | 平均粒径 10μm | 平均粒径 4μm |                 |       | 水 24 重量份   | Ra = 0.1μm    | 2 小时     | 气孔率 45 %    |    |      |      |
|            | 80Wt%     | 20Wt%    |                 |       |            |               | 温度 2150℃ | Ra = 0.5μm  |    |      |      |
|            | 100 重量份   |          |                 | 6 重量份 | 26.5 重量份   |               | 2 小时     |             |    |      |      |
| 实施例<br>3.7 | α-SiC     | 单结晶-Si   | 丙稀              | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 金属模具表面粗<br>糙度 | 温度 1400℃ | 平均气孔径 10μm  | 70 | 10.5 | 0.64 |
|            | 平均粒径 10μm | 平均粒径 4μm | 平均粒径 11μm       |       | 水 24 重量份   | Ra = 30μm     | 2 小时     | 气孔率 45 %    |    |      |      |
|            | 80Wt%     | 20Wt%    | 纵横比 2.5         |       |            |               | 温度 2150℃ | Ra = 35μm   |    |      |      |
|            | 100 重量份   |          | 5vol% (C/A+B+C) | 6 重量份 | 26.5 重量份   |               | 2 小时     |             |    |      |      |

从表3所示的结果可知,在由硅接合作为陶瓷粒子的碳化硅而成的硅—碳化硅复合体构成蜂窝结构体,将其蜂窝结构体用作过滤器的场合,已经确认到,在多孔质陶瓷构件的壁的表面粗糙度不到 $1.0\mu\text{m}$ 和超过 $30\mu\text{m}$ 的实施例中,灰尘的剥离性变差,而且灰尘积蓄在过滤器的从排气侧开始到靠近中央部的隔壁部上。

也就是说,在隔壁的表面粗糙度处于 $1.0\sim 30\mu\text{m}$ 的范围内的场合,已确认到灰尘的剥离性是良好的,而且灰尘更多地积蓄在过滤器的靠近排气侧的壁部上。

实际上,如图7和图8所示,在气孔率是45%的实施例3.3中,与气孔率是45%的比较例1.3相比,灰尘更多地积蓄在排气侧上。

(实施例4)

实施例4与实施例2同样,在由用硅接合碳化硅而成的硅—碳化硅复合材料构成多孔质陶瓷构件的前提下,制作使隔壁的厚度变化的多孔质陶瓷构件,制作约束多个这些构件而成的集合体型蜂窝结构体,将它们作为实施例4.1~4.7。

再有,该实施例4.1~4.7中的多孔质陶瓷构件的形状,与实施例2.2同样地,贯通孔截面形状固定化为与B1(图4(a))相同的形状,通过改变填充原料膏的挤压成型机的狭缝宽度或狭缝形状,制造贯通孔的隔壁的厚度不同的7种蜂窝结构体。

(1)首先,混合80重量%的平均粒径 $30\mu\text{m}$ 的 $\alpha$ 型碳化硅粉末和20重量%的平均粒径 $4\mu\text{m}$ 的单结晶硅粉末。对得到的100重量份混合粉末,加入6重量份作为成型助剂的甲基纤维素,作为2.5重量份分散溶剂液的油酸、24重量份水,经对其进行混合而调制成原料膏。

(2)把在上述(1)中调制的原料膏填充在挤压成型机中,调整挤压成型机的狭缝宽度或者狭缝形状,使烧结后的贯通孔的隔壁的厚度分别为 $0.15\text{mm}$ 、 $0.2\text{mm}$ 、 $0.3\text{mm}$ 、 $0.4\text{mm}$ 、 $0.45\text{mm}$ 、

0.5mm和0.1mm，以10cm/分的挤压速度，制作7种毛坯陶瓷多孔体。

(3) 接下来，通过进行与上述实施例 1 的 (B)(2)~(8) 大致相同的处理，制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、贯通孔的隔壁的厚度分别是0.15mm、0.2mm、0.3mm、0.4mm、0.45mm、0.5mm和0.1mm、尺寸是 $34.3\text{mm} \times 34.3\text{mm} \times 150\text{mm}$ 、贯通孔截面形状是图4(a)所示的B1那样的硅—碳化硅复合体构成的7种多孔质陶瓷构件，将多个该多孔质陶瓷构件连接成束而成的来制造圆柱形状的具有排放气体净化用的蜂窝过滤器功能的集体型蜂窝结构体，将它们作为实施例4.1~4.7。

对于上述实施例4.1~4.7，与上述实施例1同样地进行耐热冲击试验(A)、(B)和灰尘捕集试验(C)。其试验结果表示在表4中。

[表 4]

| 实施例 | 粉体 A                | 粉体 B                         | 成型助剂  | 分散剂液       | 烧结条件      | 烧结体         | 热冲击试验(°C) | 捕集极限(g/L) | 灰尘的积蓄量比 |
|-----|---------------------|------------------------------|-------|------------|-----------|-------------|-----------|-----------|---------|
| 4.1 | α-SiC<br>平均粒径 30 μm | 单结晶-Si<br>平均粒径 4 μm<br>20Wt% | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 μm | 65        | 9.6       | 0.44    |
|     | 水 24 重量份            |                              |       | 2 小时       | 气孔率 45%   |             |           |           |         |
|     | 6 重量份               |                              |       | 温度 2150°C  | 壁厚 0.15mm |             |           |           |         |
| 4.2 | α-SiC<br>平均粒径 30 μm | 单结晶-Si<br>平均粒径 4 μm<br>20Wt% | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 μm | 67        | 9.8       | 0.24    |
|     | 水 24 重量份            |                              |       | 2 小时       | 气孔率 45%   |             |           |           |         |
|     | 6 重量份               |                              |       | 温度 2150°C  | 壁厚 0.2mm  |             |           |           |         |
| 4.3 | α-SiC<br>平均粒径 30 μm | 单结晶-Si<br>平均粒径 4 μm<br>20Wt% | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 μm | 68        | 10.2      | 0.32    |
|     | 水 24 重量份            |                              |       | 2 小时       | 气孔率 45%   |             |           |           |         |
|     | 6 重量份               |                              |       | 温度 2150°C  | 壁厚 0.3mm  |             |           |           |         |
| 4.4 | α-SiC<br>平均粒径 30 μm | 单结晶-Si<br>平均粒径 4 μm<br>20Wt% | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 μm | 70        | 10.5      | 0.54    |
|     | 水 24 重量份            |                              |       | 2 小时       | 气孔率 45%   |             |           |           |         |
|     | 6 重量份               |                              |       | 温度 2150°C  | 壁厚 0.4mm  |             |           |           |         |
| 4.5 | α-SiC<br>平均粒径 30 μm | 单结晶-Si<br>平均粒径 4 μm<br>20Wt% | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 μm | 73        | 10.8      | 0.52    |
|     | 水 24 重量份            |                              |       | 2 小时       | 气孔率 45%   |             |           |           |         |
|     | 6 重量份               |                              |       | 温度 2150°C  | 壁厚 0.45mm |             |           |           |         |
| 4.6 | α-SiC<br>平均粒径 30 μm | 单结晶-Si<br>平均粒径 4 μm<br>20Wt% | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 μm | 75        | 11.3      | 0.6     |
|     | 水 24 重量份            |                              |       | 2 小时       | 气孔率 45%   |             |           |           |         |
|     | 6 重量份               |                              |       | 温度 2150°C  | 壁厚 0.5mm  |             |           |           |         |
| 4.7 | α-SiC<br>平均粒径 30 μm | 单结晶-Si<br>平均粒径 4 μm<br>20Wt% | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 μm | 62        | 9.5       | 0.66    |
|     | 水 24 重量份            |                              |       | 2 小时       | 气孔率 45%   |             |           |           |         |
|     | 6 重量份               |                              |       | 温度 2150°C  | 壁厚 0.1mm  |             |           |           |         |

从表4所示的结果可知，在由用硅接合作为陶瓷粒子而成的硅—碳化硅复合体构成的蜂窝结构体，将其蜂窝结构体用作过滤器的场合，已经确认到，在多孔质陶瓷构件的壁的厚度不到0.15mm和超过0.45mm的实施例8中，灰尘的剥离性变差，而且灰尘积蓄在过滤器的从排气侧到靠近中央部的壁部上。

也就是说，在隔壁的厚度处于0.15~0.45mm的范围内的场合，已经确认到灰尘剥离性是良好的，而且灰尘更多地积蓄在过滤器的靠近排气侧的壁部上。

#### (实施例5)

实施例5与实施例2.2同样，在由用硅接合碳化硅而成的硅—碳化硅复合材料构成的多孔质陶瓷构件的前提下，制作由单晶硅、非结晶型硅、或者金属硅形成硅粒子的陶瓷构件，将它们作为实施例5.1~5.8。

再有，关于该实施例5.1~5.8中的多孔质陶瓷构件的形状，上述的贯通孔截面形状固定化为与B1(图4(a))相同的形状，由单晶硅、非结晶型硅或者金属硅的任何1方形成硅粒子，同时，通过调整其烧结条件(温度、时间)制造硅的结晶化度不同的8种蜂窝结构体。

(1) 首先，混合80重量%的平均粒径 $30\mu\text{m}$ 的 $\alpha$ 型碳化硅粉末和20重量%的平均粒径 $4\mu\text{m}$ 的单晶硅粉末，对得到的100重量份混合粉末，加入6重量份作为成型助剂的甲基纤维素，2.5重量份作为分散溶剂液的油酸、24重量份水，将其混合而调制成原料膏。

(2) 除了用在上述(1)中得到的原料膏，在上述实施例1的(B)(3)和(4)的工序中，在氩环境下，在 $1400^{\circ}\text{C}$ 、2小时的条件下加热多孔质陶瓷构件，使单晶硅熔融而由硅接合碳化硅粒子，然后，在常压的氩环境下，在 $2200^{\circ}\text{C}$ 、2小时的条件下进



行烧结处理，使硅结晶化之外，，还通过进行与实施例2.2同样的处理，制造由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm} \times 34.3\text{mm} \times 150\text{mm}$ 的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件。

(3) 接下来，通过进行与上述实施例1的(B)(5)~(8)大致同样的处理，制造圆柱形状的具有排放气体净化用蜂窝过滤器功能的蜂窝结构体，将其作为实施例5.1。

在上述实施例5.1中，在氩气环境下，在 $1400^\circ\text{C}$ 、2小时的条件下加热多孔质陶瓷构件，使单结晶硅熔融并用硅接合碳化硅粒子，然后，在常压的氩气环境下，在 $2250^\circ\text{C}$ 、3小时的条件下进行烧结处理来使硅结晶化，除此之外，通过同样的处理制作由气孔率是45%、平均气孔是 $10\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm} \times 34.3\text{mm} \times 150\text{mm}$ 的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件，将其作为实施例5.2。

在上述实施例5.1中，在氩环境下，在 $1400^\circ\text{C}$ 、2小时的条件下加热多孔质陶瓷构件，使单结晶硅熔融而用硅接合碳化硅粒子，然后，在常压的氩环境中，通过 $2200^\circ\text{C}$ 、2小时的烧结处理使硅结晶化，除此之外通过同样的处理，制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm} \times 34.3\text{mm} \times 150\text{mm}$ 的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件，制作将多个该构件连接成束而成的集合体型蜂窝结构体，将其作为实施例5.3。

另外，在上述实施例5.1中，在氩环境下在 $1400^\circ\text{C}$ 、2小时的条件下加热多孔质陶瓷构件，使单结晶硅熔融并用硅接合碳化硅粒子，然后，在常压的氩环境下，通过进行 $2200^\circ\text{C}$ 、3小时的烧结处理使硅结晶化，除此之外，通过进行同样的处理，制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm} \times 34.3\text{mm} \times 150\text{mm}$ 的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件，制作将多个

该构件连接成束而成的集合体型蜂窝结构体，将其作为实施例5.4。

在上述实施例5.1中，作为硅粉末使用平均粒径 $4\mu\text{m}$ 的非结晶硅粉末，在氩环境下，在 $1400^{\circ}\text{C}$ 、2小时的条件下加热多孔质陶瓷构件，使非结晶质硅熔融而用硅接合碳化硅粒子，然后，在常压的氩气环境下，通过 $1600^{\circ}\text{C}$ 、3小时的烧结处理，使硅结晶化，除此之外，通过同样的处理，制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm}\times 34.3\text{mm}\times 150\text{mm}$ 的硅—碳化硅复合体构成多孔质陶瓷构件，制作将多个该构件连接成束而成的集合体型蜂窝结构体，将其作为实施例5.5。

在上述实施例5.5中，在氩环境下，在 $1400^{\circ}\text{C}$ 、2小时的条件下加热多孔质陶瓷构件，使非结晶质硅熔融而用硅接合碳化硅粒子，然后，在常压的氩气环境下，通过 $1500^{\circ}\text{C}$ 、2小时的烧结处理，使硅结晶化，除此之外，通过同样的处理制作由气孔率是45%、平均气孔径是 $10\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm}\times 34.3\text{mm}\times 150\text{mm}$ 的硅—碳化硅复合体构成多孔质陶瓷构件，制作将多个该构件连接成束而成的集合体型蜂窝结构体，将其作为实施例5.6。

在上述实施例5.1中，作为硅粒子，使用平均粒径 $4\mu\text{m}$ 的金属硅，在氩气环境下，在 $1400^{\circ}\text{C}$ 、2小时的条件下加热多孔质陶瓷构件，使金属硅熔融并用硅接合碳化硅粒子，除此之外，通过同样的处理，制作由气孔率是45%、平均气孔径 $10\mu\text{m}$ 、尺寸是 $34.3\text{mm}\times 34.3\text{mm}\times 150\text{mm}$ 的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件，制作约束这些构件的多个而成的集合体型蜂窝结构体，将其作为实施例5.7。

在上述实施例5.7中，在氩气环境下，在 $1400^{\circ}\text{C}$ 、2小时的条件下加热多孔质陶瓷构件，使金属硅熔融并用硅接合碳化硅粒子，然后，在常压的氩气环境下，通过 $1500^{\circ}\text{C}$ 、2小时的烧结处理，使

硅结晶化，除此之外，通过同样的处理，制作由气孔率是45%、平均气孔径是10 $\mu$ m、尺寸是34.3mm $\times$ 34.3mm $\times$ 150mm的硅—碳化硅复合体构成的多孔质陶瓷构件，制作约束这些构件的多个而成的集合体型蜂窝结构体，将其作为实施例5.8。

对上述实施例5.1~5.8，与上述实施例1同样，进行耐热冲击试验(A)、(B)和灰尘部集试验(C)，同时为了进行接合构成多孔质陶瓷构件的碳化硅粒子的硅的结晶化度的评价，粉碎样品而使其粉末化，测量X射线衍射中的Si的波峰( $2\theta=28^\circ$ 附近)的半值宽度。

在该分析测量中使用的X射线衍射装置，使用理学电气社制的リガクRINT-2500。X射线衍射的光源为CuK $\alpha$ 1，作为测量方法，首先，粉碎试料使其均匀化并填充在玻璃制的试料夹具中，把填充了该试料的夹具放置在测角计的试料台上，接着，在X射线球管中流动冷却水并接通装置的电源，使电压慢慢上升到40KV，旋转电流旋钮设定在30mA上，然后，在下面的测量条件下进行测量。

测量条件，发散槽：0.5 $^\circ$ 、发散纵向限制槽：10mm、散射槽：0.5 $^\circ$ 、受光槽：0.3mm、单色受光槽：0.8mm、操作方式：连续、操作速度：5.000 $^\circ$ /分、步：0.01 $^\circ$ 、扫描范围：10.000 $^\circ$ ~60.000 $^\circ$ 、单色仪：使用计数单色仪、光学系统：为集中光学系统。

这些结果表示在表5中。

[表 5]

| 实例  | 粉体 A                          | 粉体 B                | 成型助剂  | 分散剂液       | 烧结条件              | 烧结体                    | 热冲击试验 (°C) | 捕集极限 (g/L) | 灰尘的积存量比 |
|-----|-------------------------------|---------------------|-------|------------|-------------------|------------------------|------------|------------|---------|
| 5.1 | α-SiC<br>单结晶-Si<br>平均粒径 30 μm | 单结晶-Si<br>平均粒径 4 μm | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C<br>2 小时 | 平均气孔径 10 μm<br>气孔率 45% | 70         | 10.5       | 0.54    |
|     | 80Wt%                         | 20Wt%               |       | 水 24 重量份   | 温度 2150°C<br>2 小时 | 半值宽度 0.6°              |            |            |         |
|     | 100 重量份                       | 6 重量份               |       | 26.5 重量份   |                   |                        |            |            |         |
| 5.2 | α-SiC<br>单结晶-Si<br>平均粒径 30 μm | 单结晶-Si<br>平均粒径 4 μm | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C<br>2 小时 | 平均气孔径 10 μm<br>气孔率 45% | 69         | 10.5       | 0.5     |
|     | 80Wt%                         | 20Wt%               |       | 水 24 重量份   | 温度 2250°C<br>3 小时 | 半值宽度 0.05°             |            |            |         |
|     | 100 重量份                       | 6 重量份               |       | 26.5 重量份   |                   |                        |            |            |         |
| 5.3 | α-SiC<br>单结晶-Si<br>平均粒径 30 μm | 单结晶-Si<br>平均粒径 4 μm | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C<br>2 小时 | 平均气孔径 10 μm<br>气孔率 45% | 80         | 11         | 0.32    |
|     | 80Wt%                         | 20Wt%               |       | 水 24 重量份   | 温度 2200°C<br>2 小时 | 半值宽度 0.3°              |            |            |         |
|     | 100 重量份                       | 6 重量份               |       | 26.5 重量份   |                   |                        |            |            |         |
| 5.4 | α-SiC<br>单结晶-Si<br>平均粒径 30 μm | 单结晶-Si<br>平均粒径 4 μm | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C<br>2 小时 | 平均气孔径 10 μm<br>气孔率 45% | 70         | 10.7       | 0.48    |
|     | 80Wt%                         | 20Wt%               |       | 水 24 重量份   | 温度 2200°C<br>3 小时 | 半值宽度 0.1°              |            |            |         |
|     | 100 重量份                       | 6 重量份               |       | 26.5 重量份   |                   |                        |            |            |         |

[表 5] (续)

|         |            |           |       |            |           |             |    |     |      |
|---------|------------|-----------|-------|------------|-----------|-------------|----|-----|------|
| 实施例 5.5 | α-SiC      | 非晶型-Si    | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 μm | 68 | 10  | 0.62 |
|         | 平均粒径 30 μm | 平均粒径 4 μm |       | 水 24 重量份   | 2 小时      | 气孔率 45%     |    |     |      |
|         | 80Wt%      | 20Wt%     | 6 重量份 | 26.5 重量份   | 温度 1600°C | 半值宽度 0.7°   |    |     |      |
| 实施例 5.6 | α-SiC      | 非晶型-Si    | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 μm | 63 | 9.5 | 0.69 |
|         | 平均粒径 30 μm | 平均粒径 4 μm |       | 水 24 重量份   | 2 小时      | 气孔率 45%     |    |     |      |
|         | 80Wt%      | 20Wt%     | 6 重量份 | 26.5 重量份   | 温度 1500°C | 半值宽度 0.8°   |    |     |      |
| 实施例 5.7 | α-SiC      | 金属-Si     | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 μm | 65 | 9.8 | 0.65 |
|         | 平均粒径 30 μm | 平均粒径 4 μm |       | 水 24 重量份   | 2 小时      | 气孔率 45%     |    |     |      |
|         | 80Wt%      | 20Wt%     | 6 重量份 | 26.5 重量份   | 温度 1600°C | 半值宽度 0.75°  |    |     |      |
| 实施例 5.8 | α-SiC      | 金属-Si     | 甲基纤维素 | 油酸 2.5 重量份 | 温度 1400°C | 平均气孔径 10 μm | 60 | 9.3 | 0.7  |
|         | 平均粒径 30 μm | 平均粒径 4 μm |       | 水 24 重量份   | 2 小时      | 气孔率 45%     |    |     |      |
|         | 80Wt%      | 20Wt%     | 6 重量份 | 26.5 重量份   | 温度 1500°C | 半值宽度 0.85°  |    |     |      |

从表5所示的结果可知，在由用硅接合作为陶瓷的碳化硅粒子而成的硅—碳化硅复合体构成多孔质陶瓷构件，把由该多孔质陶瓷构件形成的蜂窝结构体用作过滤器的场合，已经确认到，在多孔质陶瓷构件的X射线衍射中的硅的波峰的半值宽度超过 $0.6^\circ$ 的实施例中，灰尘的剥离性变差，而且灰尘积蓄在过滤器的从排气侧到靠近中央部的壁部上。

也就是说，在X射线衍射中的硅的波峰的半值宽度是 $0.6^\circ$ 或 $0.6^\circ$ 以下的场合，已经确认到灰尘的剥离性是良好的，而且灰尘更多地积蓄在过滤器的靠近排气侧的壁部上。

特别确认到，作为使作为陶瓷的碳化硅粒子接合的硅，使用单晶硅（实施例5.1~5.4）时，在耐热冲击试验、捕集极限和灰尘的积蓄量比的所有点上，显示了比使用非结晶型硅（实施例5.5~5.6）或金属硅（实施例5.7~5.8），优良的效果。

再有，图9表示实施例5.1的蜂窝结构体的X射线衍射曲线图。该X射线曲线图中的Si的波峰（ $2\theta=28^\circ$ 附近）的半值宽度是 $0.6^\circ$ 。

如以上说明的那样，由于本发明的蜂窝结构体，用由陶瓷和硅构成的硅—陶瓷复合体形成，因此，蜂窝结构体的热扩散性得到提高，即使在蜂窝结构体上产生不均匀的温度分布，或者反复进行冷热循环的场合，由于不太积蓄热应力，因此不产生裂纹等，耐热冲击性优良。此外，在用作排放气体净化过滤器的场合，灰尘的剥离去除能力也提高了。

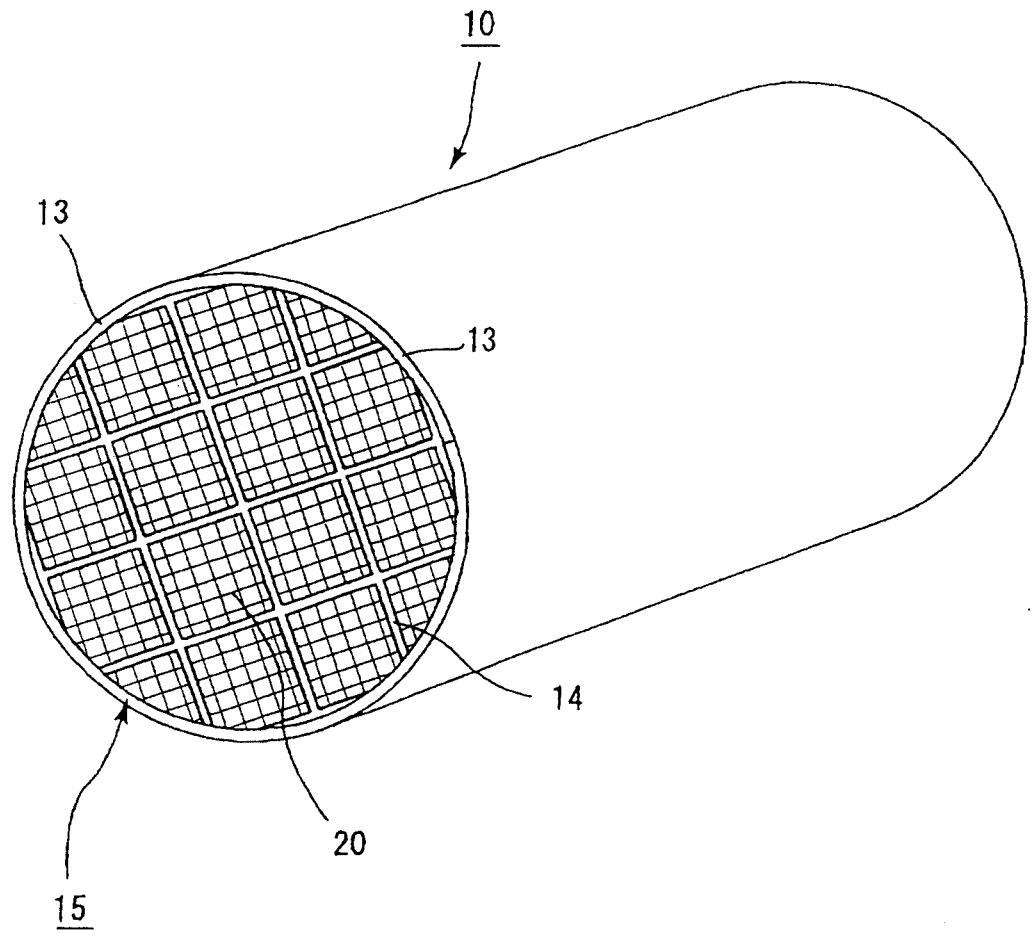


图 1

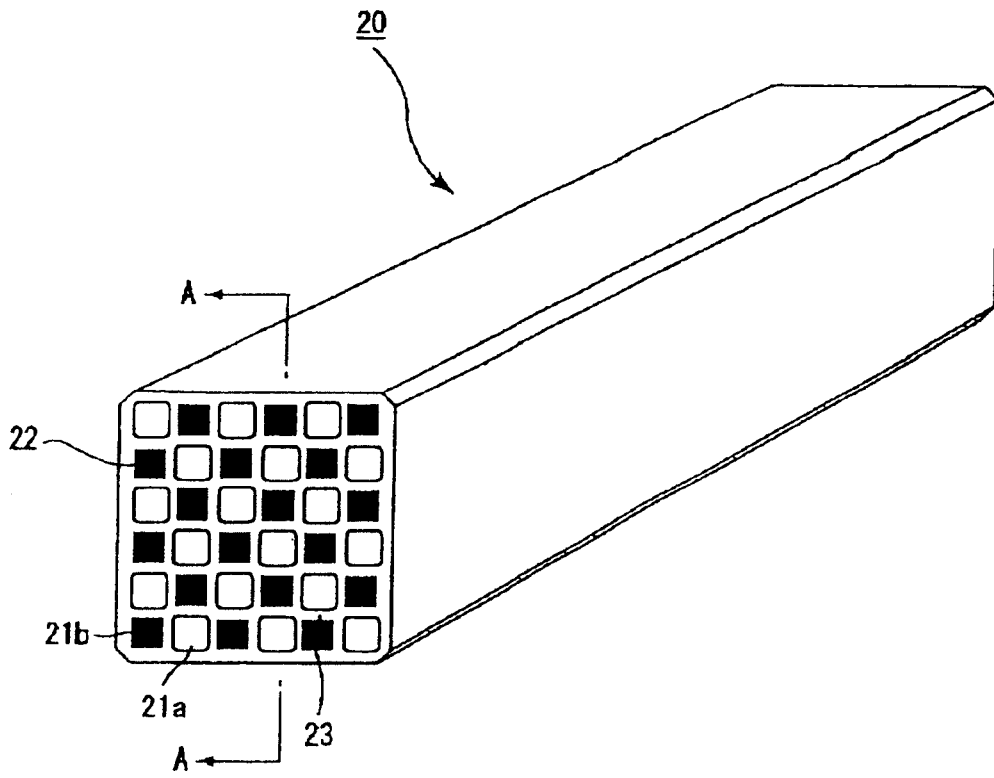
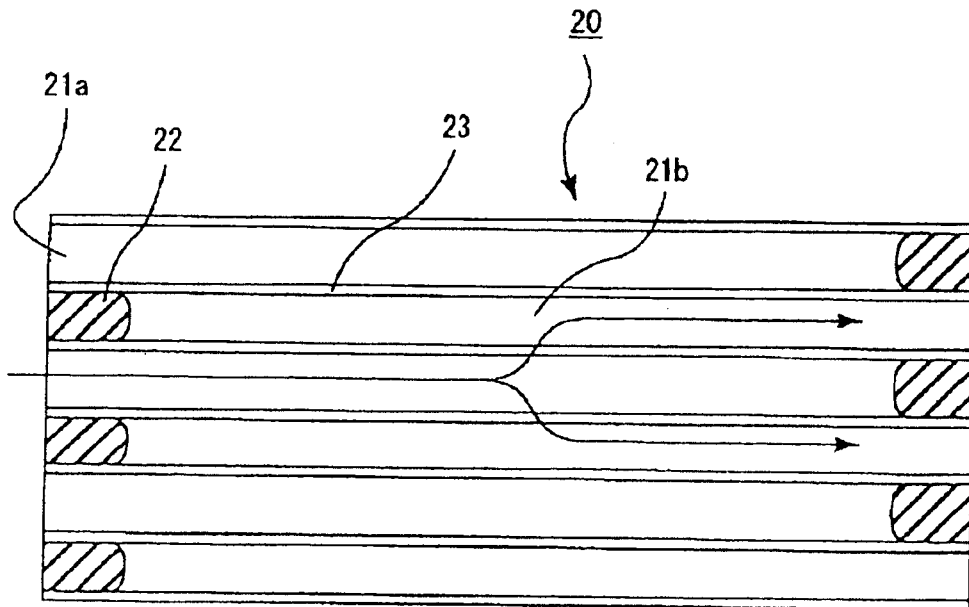


图 2(a)



A—A 线剖面图

图 2(b)



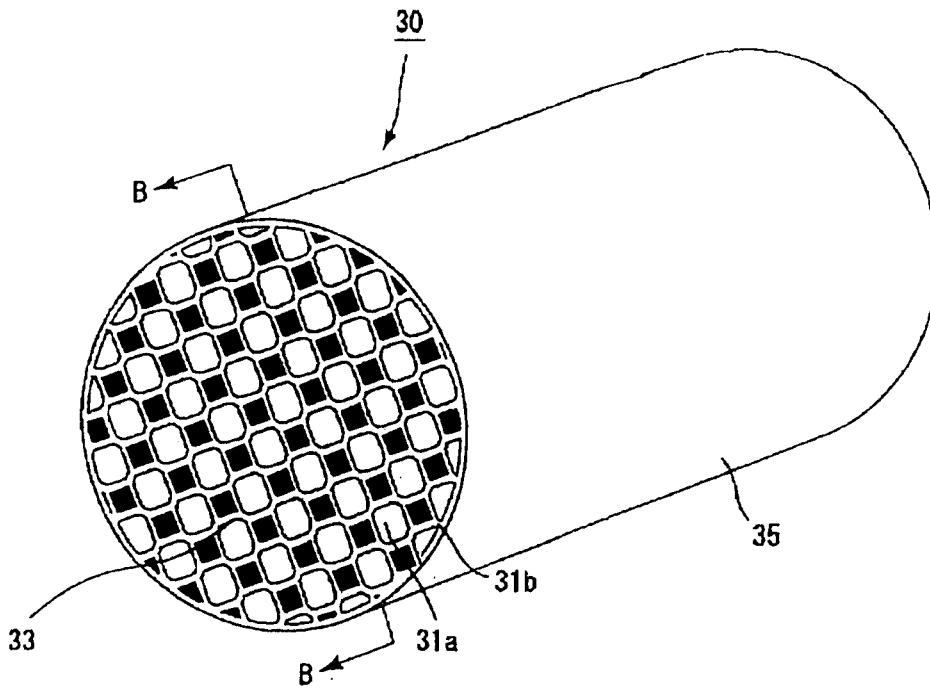


图 3(a)

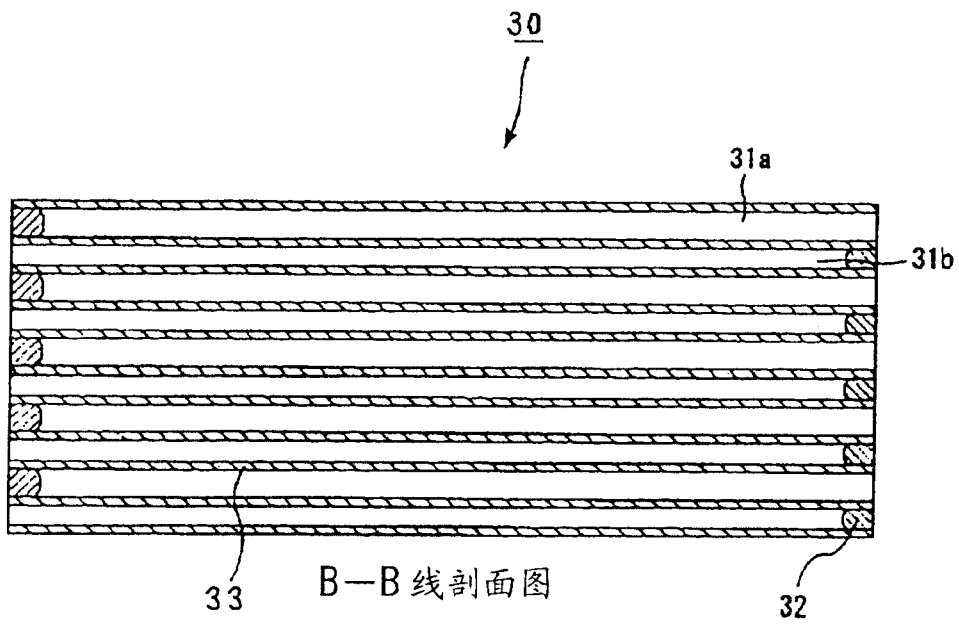


图 3(b)

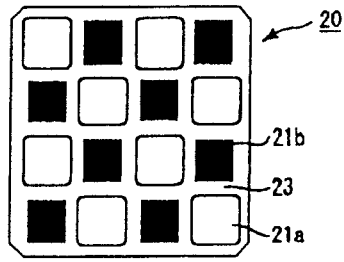


图 4(a)

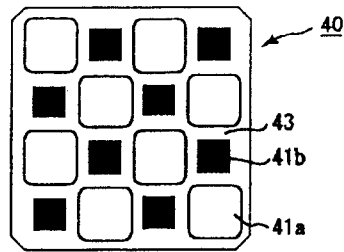


图 4(b)

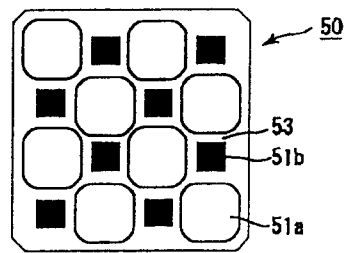


图 4(c)

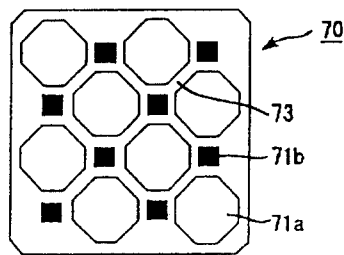


图 4(d)

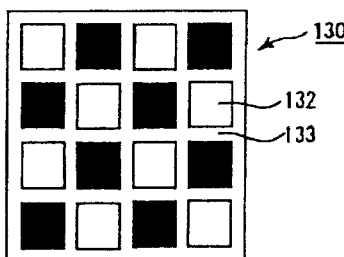


图 4(e)

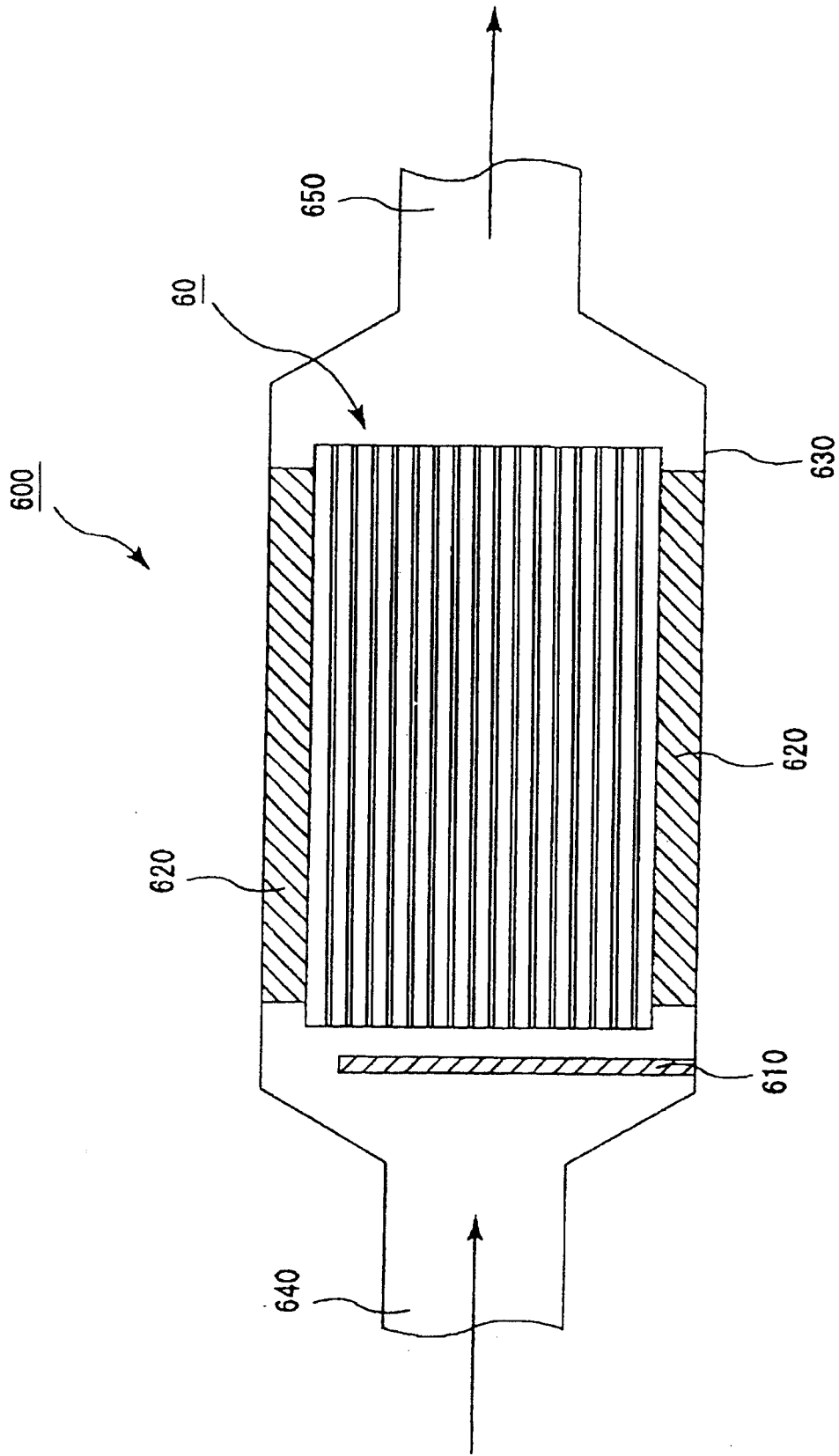


图 5

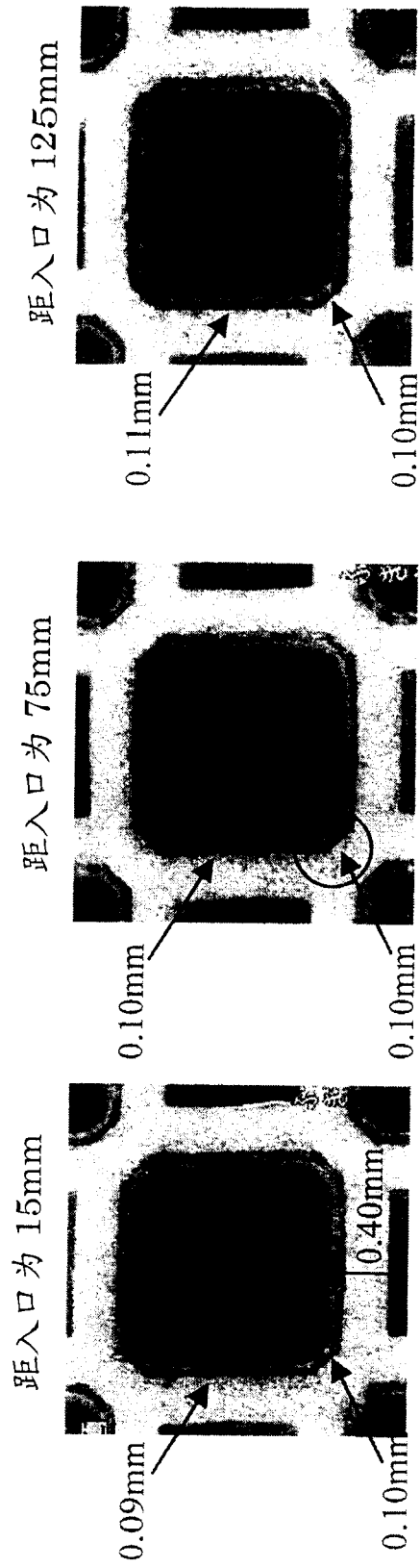


图 6(a)

图 6(b)

图 6(c)

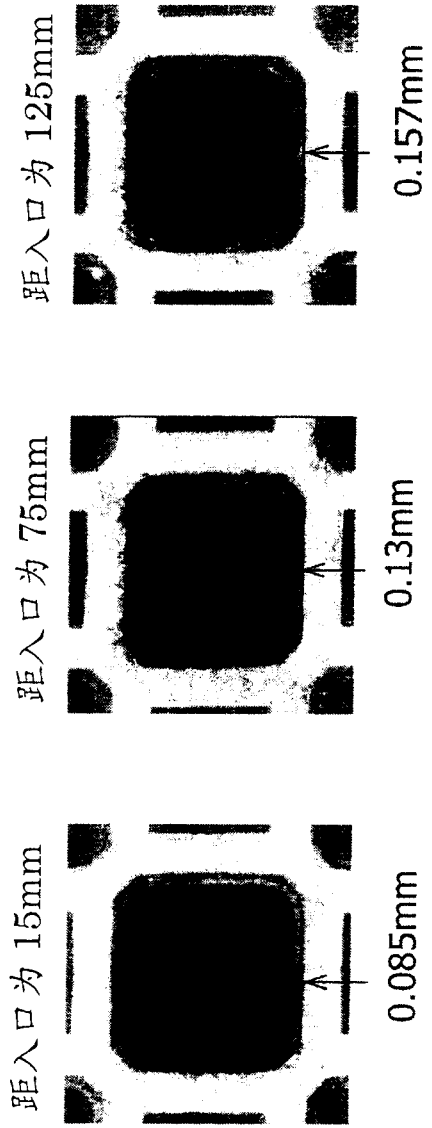


图 7

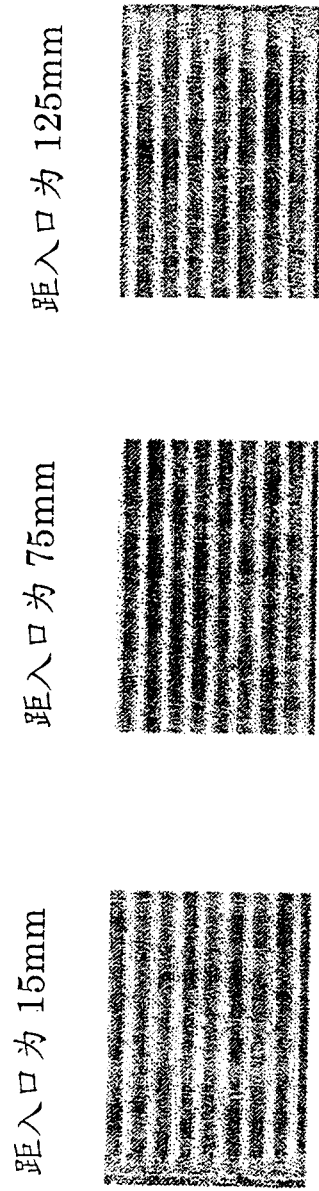


图 8

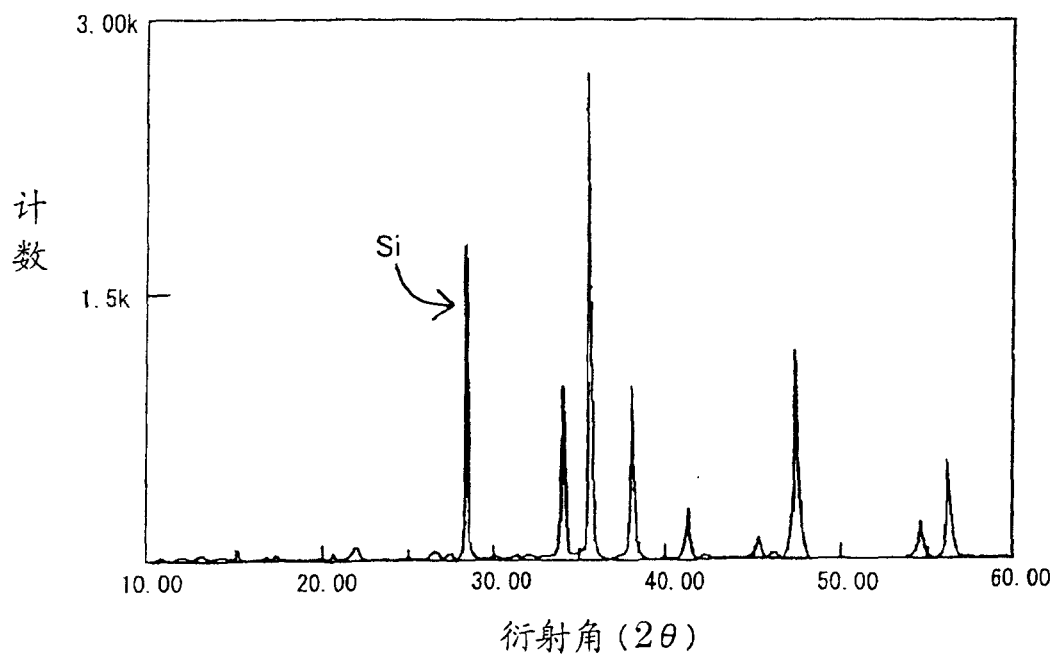


图 9

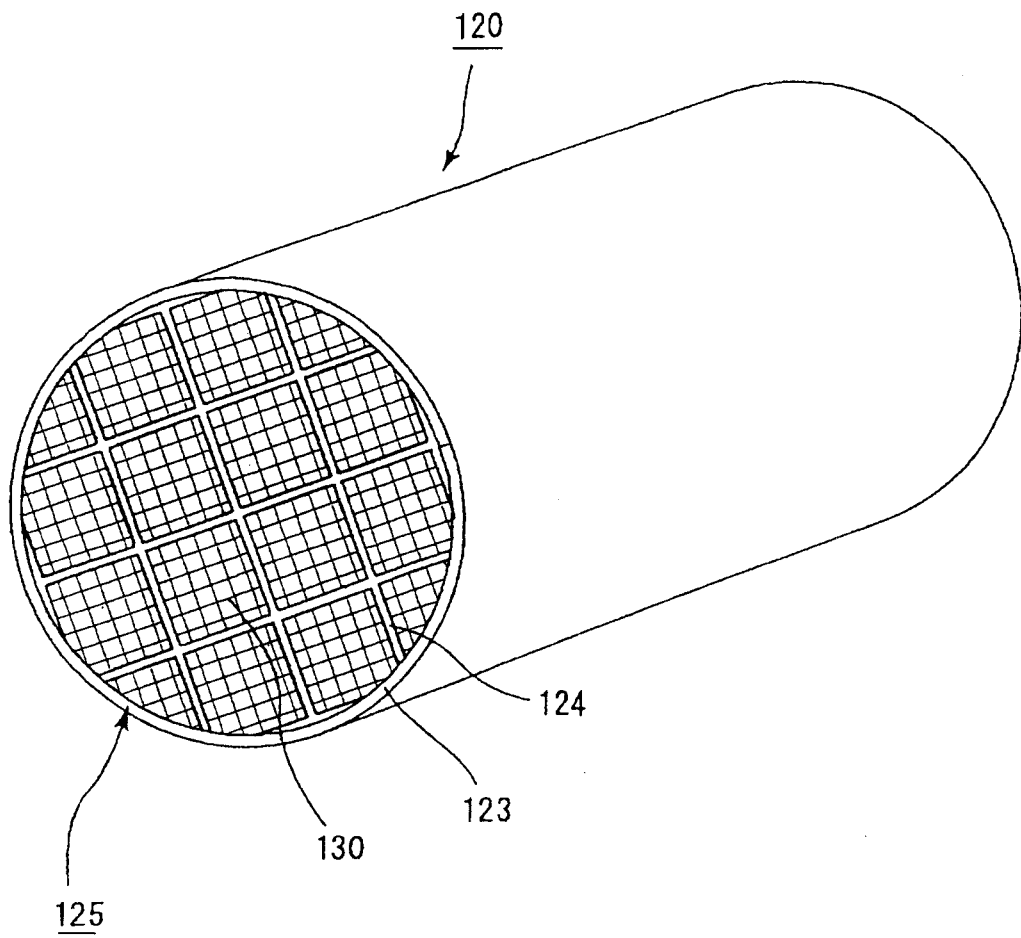


图 10

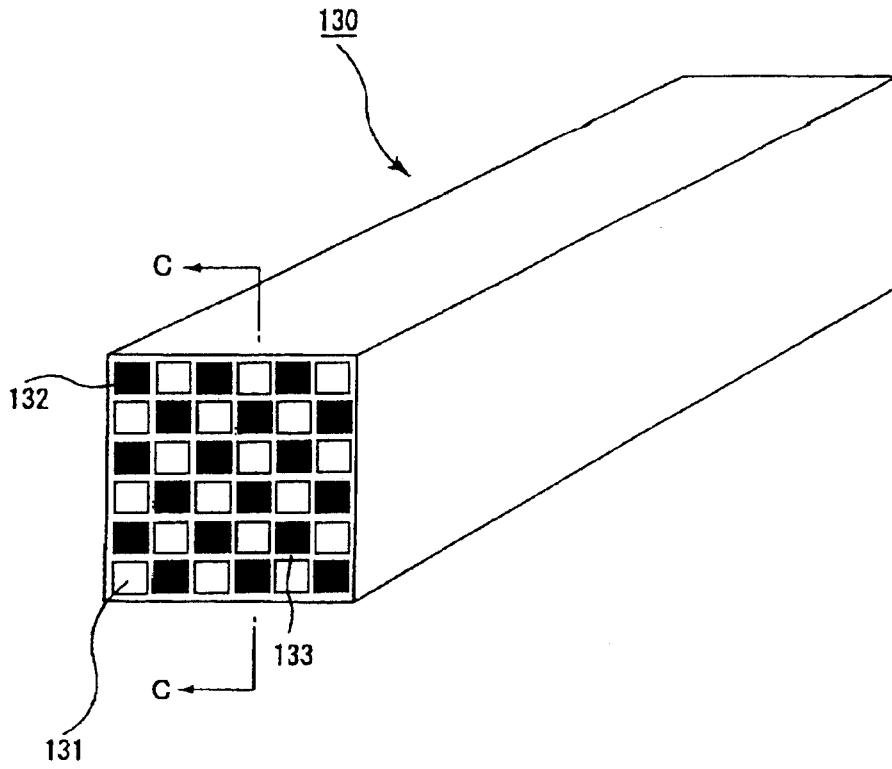
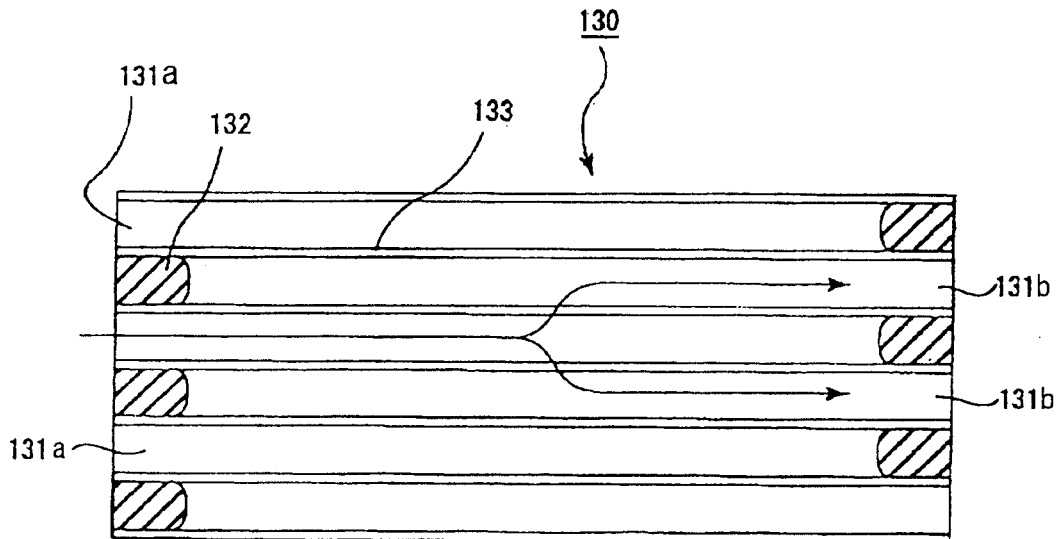


图 11(a)



C-C 线剖面图

图 11(b)



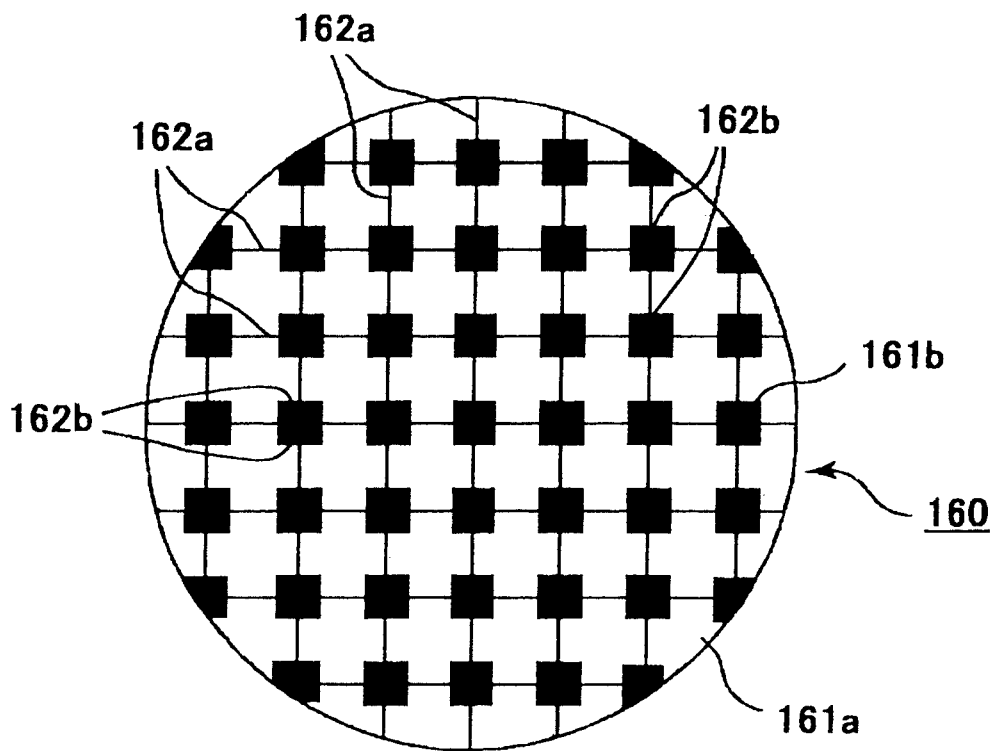


图 12

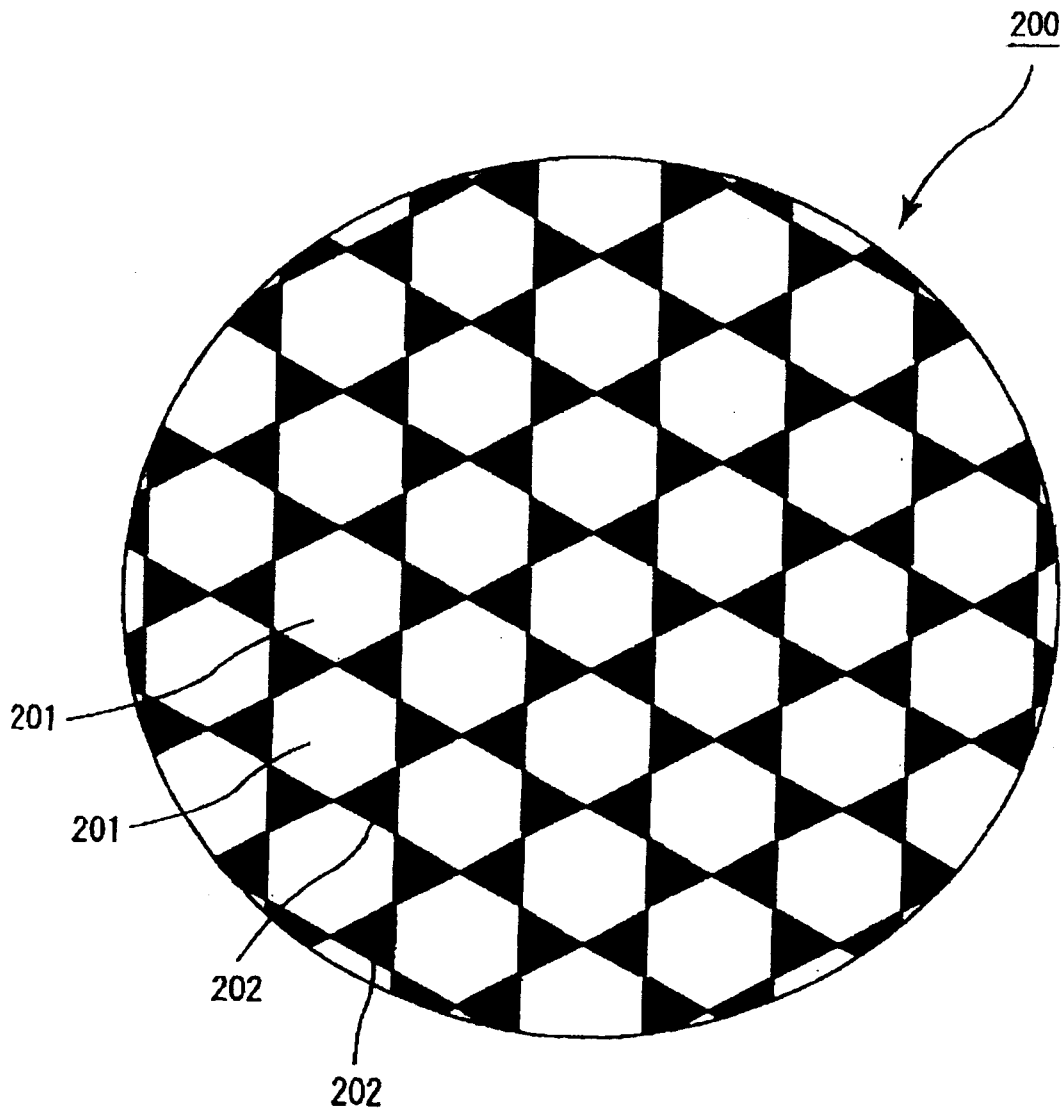


图 13

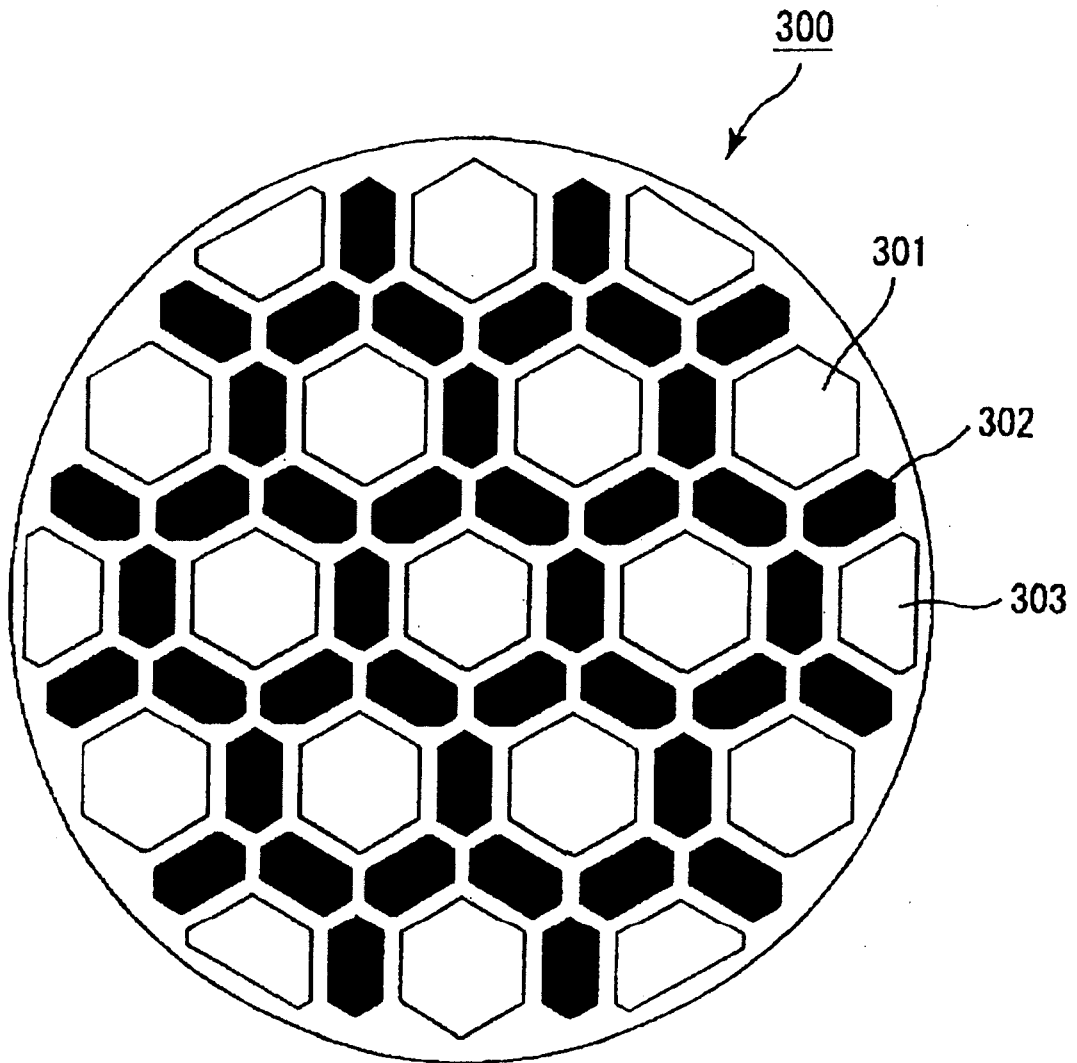


图 14

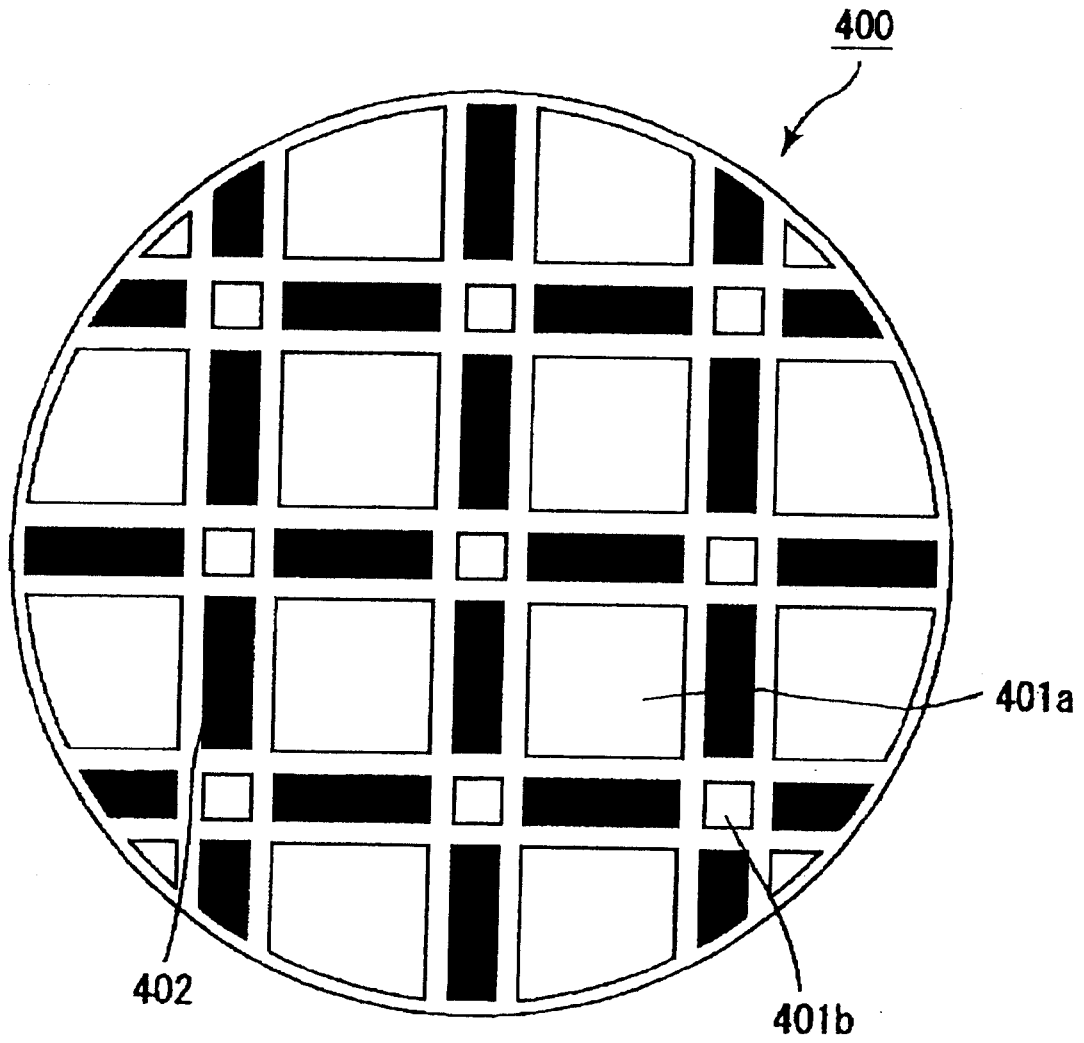


图 15

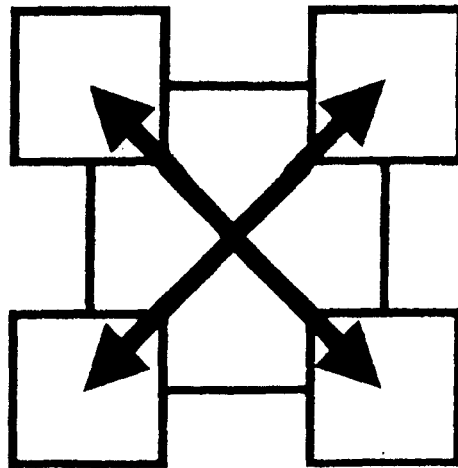


图 16(a)

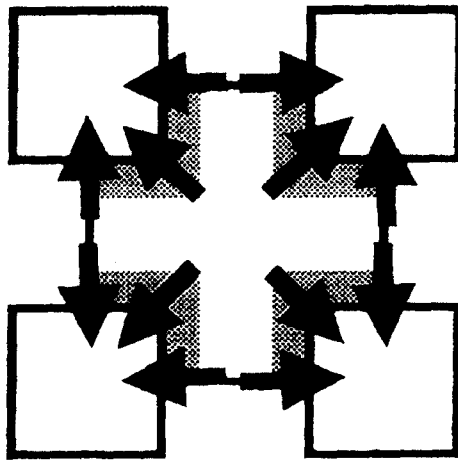


图 16(b)

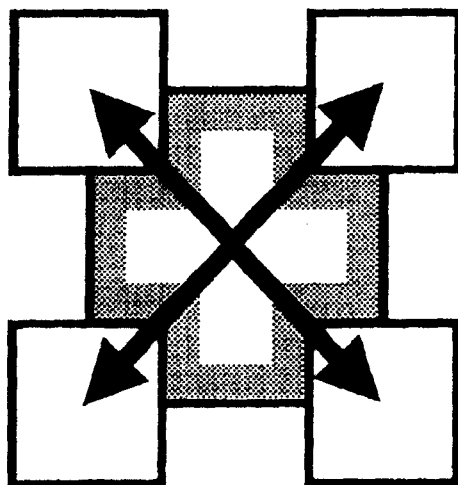


图 16(c)