



## (12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 30516 B1** (51) Cl. internationale : **C04B 28/06; B01D 53/92**
- (43) Date de publication : **01.06.2009**

- 
- (21) N° Dépôt : **31477**
- (22) Date de Dépôt : **16.12.2008**
- (30) Données de Priorité : **19.06.2006 FR 0605436**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/FR2007/051458 19.06.2007**
- (71) Demandeur(s) : **SAINT-GOBAIN CENTRE DE RECHERCHES ET D'ETUDES EUROPEEN, Les Miroirs, 18 avenue d'Alsace F-92400 Courbevoie (FR)**
- (72) Inventeur(s) : **BARDON, Sébastien ; BRIOT, Anthony ; CHAMPAGNE, Gaëtan ; GLEIZE, Vincent**
- (74) Mandataire : **CABINET CHARDY**

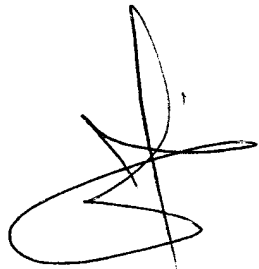
- 
- (54) Titre : **CIMENT POUR FILTRE A PARTICULES**
- (57) Abrégé : Ciment de jointoiment destiné notamment à la solidarisation d'une pluralité de blocs filtrants d'un corps filtrant d'un filtre à particules de gaz d'échappement d'un moteur à combustion interne d'un véhicule automobile, comportant une teneur en carbure de silicium (SiC) comprise entre 30 et 90 %. Le ciment selon l'invention comporte au moins 0,05 % et moins de 5 % d'une résine thermodurcissable, les pourcentages étant des pourcentages en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable.

ABREGE DESCRIPTIF

Ciment de jointoiment destiné notamment à la solidarisation d'une pluralité de blocs filtrants d'un corps filtrant d'un filtre à particules de gaz d'échappement d'un moteur à combustion interne d'un véhicule automobile, comportant une teneur en carbure de silicium (SiC) comprise entre 30 et 90 %.

Le ciment selon l'invention comporte au moins 0,05 % et moins de 5% d'une résine thermodurcissable, les pourcentages étant des pourcentages en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable.

PU 31477



- Dix septième et dernier  
feuillet  
- Rabat, le 16-12-2008



0 1 JUIN 2009

Ciment pour filtre à particules

L'invention concerne un ciment, notamment un ciment de jointoiment destiné à la solidarisation d'une pluralité de blocs filtrants d'un corps filtrant, notamment pour un filtre à particules de gaz d'échappement d'un moteur à combustion interne d'un véhicule automobile, et notamment un ciment destiné à constituer un revêtement périphérique de la surface latérale d'un tel corps filtrant. L'invention se rapporte également à un corps filtrant comportant une pluralité de blocs filtrants solidarisés au moyen d'un joint intercalé entre lesdits blocs filtrants et conformé de manière à s'opposer au passage desdits gaz d'échappement entre lesdits blocs filtrants, dans lequel le joint est obtenu par durcissement d'un ciment selon l'invention.

Avant d'être évacués à l'air libre, les gaz d'échappement peuvent être purifiés au moyen d'un filtre à particules tel que celui représenté sur les figures 1 et 2, connu de la technique antérieure. Des références identiques ont été utilisées sur les différentes figures pour désigner des organes identiques ou similaires.

Un filtre à particules 1 est représenté sur la figure 1 en coupe transversale, selon le plan de coupe B-B représenté sur la figure 2, et, sur la figure 2, en coupe longitudinale selon le plan de coupe A-A représenté sur la figure 1.

Le filtre à particules 1 comporte classiquement au moins un corps filtrant 3, d'une longueur L, inséré dans une enveloppe métallique 5.

Le corps filtrant 3 peut être monolithique. Pour améliorer sa résistance thermomécanique, en particulier pendant les phases de régénération, il s'est cependant avéré avantageux qu'il résulte de l'assemblage et de l'usinage d'une pluralité de blocs 11, référencés 11a-11i.

Pour fabriquer un bloc 11, on extrude une matière céramique (cordiérite, carbure de silicium,...) de manière à former une structure poreuse en nid d'abeille. La structure poreuse extrudée a classiquement la forme d'un parallélépipède rectangle s'étendant entre deux faces amont 12 et aval 13 sensiblement carrées sur lesquelles débouchent une pluralité de canaux 14 adjacents, rectilignes, et parallèles.

Après extrusion, les structures poreuses extrudées sont alternativement bouchées sur la face amont 12 ou sur la face aval 13 par des bouchons amont 15s et aval 15e, respectivement, comme cela est bien connu, pour former des canaux de types « canaux de sortie » 14s et « canaux d'entrée » 14e, respectivement. A l'extrémité des canaux de sortie 14s et d'entrée 14e opposée aux bouchons amont 15s et aval 15e,

respectivement, les canaux de sortie 14s et d'entrée 14e débouchent vers l'extérieur par des ouvertures de sortie 19s et d'entrée 19e, respectivement, s'étendant sur les faces aval 13 et amont 12, respectivement. Les canaux d'entrée 14e et de sortie 14s définissent ainsi des espaces intérieurs 20e et 20s, délimités par une paroi latérale 22e et 22s, un bouchon d'obturation 15e et 15s, et une ouverture 19s ou 19e débouchant vers l'extérieur, respectivement. Deux canaux d'entrée 14e et de sortie 14s adjacents sont en communication de fluide par la partie commune de leurs parois latérales 22e et 22s.

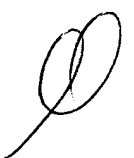
Les blocs 11a-11i sont assemblés entre eux par collage au moyen de joints 27 en ciment céramique généralement constitué de silice et/ou de carbure de silicium et/ou de nitrure d'aluminium. L'assemblage ainsi constitué peut être ensuite usiné pour prendre, par exemple, une section ronde. De préférence, un revêtement périphérique 27', encore appelé « coating », est également appliqué de manière à recouvrir sensiblement toute la surface latérale du corps filtrant.

Il en résulte un corps filtrant 3 cylindrique d'axe longitudinal C-C, qui peut être inséré dans l'enveloppe 5, un joint périphérique 28, étanche aux gaz d'échappement, étant disposé entre les blocs filtrants extérieurs 11a-11h et l'enveloppe 5.

Comme l'indiquent les flèches représentées sur la figure 2, le flux F des gaz d'échappement entre dans le corps filtrant 3 par les ouvertures 19e des canaux d'entrée 14e, traverse les parois latérales filtrantes de ces canaux pour rejoindre les canaux de sortie 14s, puis s'échappe vers l'extérieur par les ouvertures 19s.

Après un certain temps d'utilisation, les particules, ou « suies », accumulées dans les canaux du corps filtrant 3 augmentent la perte de charge due au corps filtrant 3 et altèrent ainsi les performances du moteur. Pour cette raison, le corps filtrant doit être régénéré régulièrement, par exemple tous les 500 kilomètres

La régénération, ou « décolmatage », consiste à oxyder les suies. Pour ce faire, il est nécessaire de les chauffer jusqu'à une température permettant leur inflammation. L'inhomogénéité des températures au sein du corps filtrant 3 et les éventuelles différences de nature des matériaux utilisés pour les blocs filtrants 11a-11i et les joints 27 et 28 peuvent alors générer de fortes contraintes thermomécaniques, pouvant être à l'origine de fissures dans les joints et/ou dans les blocs filtrants 11a-11i, diminuant la durée de vie du filtre à particules 1.



Le matériau des joints 27 et 28 doit donc présenter une bonne résistance mécanique à basse température, c'est-à-dire entre 400 et 500°C, et à haute température, c'est-à-dire à des températures supérieures à 1100°C.

On connaît en particulier des ciments de jointoiment comportant entre 30 et 5 60% en masse de carbure de silicium. Le carbure de silicium présente une conductivité thermique élevée permettant avantageusement d'homogénéiser les transferts thermiques. Le carbure de silicium présente cependant un coefficient de dilatation relativement élevé. La teneur en carbure de silicium de ces ciments de jointoiment doit donc être limitée pour assurer une résistance thermomécanique adaptée à l'application 10 aux filtres à particules.

Par ailleurs, pour améliorer l'élasticité du joint obtenu par durcissement du ciment de jointoiment, et donc la résistance thermomécanique du corps filtrant assemblé, ainsi que l'adhésion du ciment de joint aux parois des blocs filtrants, il est également connu, par exemple de EP 0 816 065, d'incorporer au ciment d'assemblage 15 des fibres céramiques (comparer par exemple les références 1 et 2 du tableau 1 ci-dessous). La teneur en carbure de silicium du ciment est comprise entre 3 et 80% en masse. La présence de fibres céramiques représente cependant un risque potentiel en termes d'hygiène et de sécurité et rend plus difficile le recyclage du corps filtrant. L'utilisation de fibres biosolubles pourrait limiter ce risque sécurité. L'effet de ces 20 dernières sur les propriétés de résistance aux contraintes thermomécaniques, à haute température notamment, est cependant faible. De plus, l'incorporation de fibres, en particulier de shot (particules d'infibrés), est particulièrement coûteuse.

EP 1 479 881 divulgue un ciment de jointoiment comportant des quantités de résine largement supérieures à 5% dans le but d'ajuster la porosité. Les quantités 25 élevées de résine thermodurcissable confèrent cependant au ciment humide une consistance qui, dans les conditions industrielles d'utilisation, empêche un étalement régulier, et donc une répartition homogène du ciment entre les blocs filtrants. Le corps filtrant obtenu par assemblage de blocs filtrants au moyen d'un tel ciment présente dès lors une tenue mécanique insuffisante pour l'opération de canning, c'est-à-dire de mise 30 en place du corps filtrant dans la ligne d'échappement. Par ailleurs, des teneurs élevées en résine thermodurcissable conduisent à l'apparition de fissures lors d'opérations de séchage, de déliantage ou de cuisson. Enfin, ces résines génèrent généralement des produits nocifs pour l'environnement lors du déliantage et des quantités élevées de résine rendent difficile la maîtrise de ces produits nocifs dans des conditions industrielles.

Le but de la présente invention est de fournir un ciment permettant de réaliser un nouveau matériau de joint présentant une adhésion améliorée, ou présentant une résistance thermomécanique satisfaisante mais sans fibres céramiques et/ou avec une teneur en carbure de silicium élevée.

5 Selon l'invention, on atteint ce but au moyen d'un ciment, notamment un ciment de jointolement notamment destiné à la solidarisation d'une pluralité de blocs filtrants d'un corps filtrant d'un filtre à particules de gaz d'échappement d'un moteur à combustion interne d'un véhicule automobile, et notamment un ciment destiné à servir de revêtement  
10 en carbure de silicium (SiC) comprise entre 30 et 90 %, ce ciment étant remarquable en ce qu'il comporte

- au moins 0,05 %, de préférence au moins 0,1 %, de préférence encore au moins 0,2 %, et
- moins de 5%, de préférence moins de 1%, de préférence encore moins de  
15 0,5 % d'une résine thermodurcissable,

les pourcentages étant des pourcentages en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale (y compris donc le carbure de silicium), hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable.

20 Comme on le verra plus en détail dans la suite de la description, la présence de résine thermodurcissable améliore l'adhésion du joint, tout en préservant sa résistance mécanique, notamment à froid. La longévité du joint dans son application au jointolement de blocs filtrants est donc accrue. Cette amélioration de la résistance mécanique permet en outre de se passer de la présence de fibres céramiques et/ou d'augmenter la teneur en carbure de silicium.

25 De manière surprenante, les inventeurs ont également constaté qu'une teneur inférieure à 5% en résine thermodurcissable autorise, dans les conditions industrielles d'utilisation, un étalement régulier, et donc une répartition très homogène du ciment entre les blocs filtrants. Ils ont aussi observé que le nombre de fissures apparaissant lors des opérations de traitement thermique est réduit. Avantageusement, la tenue mécanique du  
30 corps filtrant est améliorée, ce qui facilite l'opération de canning.

Enfin, la faible teneur en résine facilite la maîtrise des produits nocifs générés dans des conditions industrielles.

De préférence, le ciment de jointoiment selon l'invention comporte encore une ou plusieurs des caractéristiques optionnelles suivantes :

- La résine thermodurcissable est choisie parmi les résines époxyde, silicone, polyimide, phénolique et polyester.
- 5 - Le ciment comporte plus de 60% de carbure de silicium, en pourcentage en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable.
- Le ciment ne contient pas de fibres céramiques.
- Le ciment ne comporte pas d'argile.
- 10 - Le ciment comporte entre 0,1 et 2%, de préférence entre 0,1 et 0,5% d'un dispersant, en pourcentages en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable.
- Le ciment présente une teneur en CaO inférieure à 0,5 %, en pourcentage en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la
- 15 résine thermodurcissable.
- De préférence, après humidification, le ciment humidifié, ou « mortier », présente une teneur en eau de moins de 40%, de préférence de moins de 30% et/ou d'au moins 10%, de préférence d'au moins 15%, en pourcentages en masse par rapport à la masse totale de la masse minérale, hormis l'eau, et de la résine thermodurcissable.
- 20 - Le ciment présente une teneur en alumine, de préférence calcinée, comprise entre 5 et 25%, de préférence entre 10 et 25%, et/ou une teneur en silice, de préférence sous la forme de fumée de silice, comprise entre 1 et 15 %, de préférence comprise entre 3 et 10%, en pourcentages en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable.
- 25 - Le carbure de silicium, l'alumine et la silice représentent au moins 80%, de préférence au moins 95 %, de préférence encore au moins 99,5% de la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable.

L'invention concerne également un corps filtrant, notamment pour un filtre à particules de gaz d'échappement d'un moteur à combustion interne d'un véhicule automobile, comportant une pluralité de blocs filtrants solidarités au moyen d'au moins

30 un joint intercalé entre lesdits blocs filtrants et conformé de manière à s'opposer au



passage desdits gaz d'échappement entre lesdits blocs filtrants. Ce corps filtrant est remarquable en ce que le joint est obtenu par durcissement d'un ciment selon l'invention.

L'invention concerne enfin un corps filtrant, notamment pour un filtre à particules de gaz d'échappement d'un moteur à combustion interne d'un véhicule automobile, monobloc ou comportant une pluralité de blocs filtrants solidarisés au moyen d'au moins un joint intercalé entre lesdits blocs filtrants. Ce corps filtrant est remarquable en ce qu'il comporte un revêtement périphérique obtenu à partir d'un ciment selon l'invention.

De préférence, les blocs filtrants assemblés comportent au moins 50% de carbure de silicium.

Par « résine thermodurcissable », on entend un polymère transformable en un matériau infusible et insoluble après traitement thermique (chaleur, radiation) ou physico-chimique (catalyse, durcisseur). Les matériaux thermodurcissables prennent ainsi leur forme définitive au premier durcissement de la résine, la réversibilité étant impossible.

Selon les applications, il peut être avantageux que la résine durcisse à température ambiante, par exemple suite à l'ajout d'un catalyseur, à la température de séchage ou à la température de traitement thermique.

De préférence, la résine thermodurcissable présente en outre un caractère collant avant son durcissement. Elle facilite ainsi la mise en place du ciment et son maintien en forme avant traitement thermique. De préférence, la résine présente une viscosité inférieure à 50Pa.s pour un gradient de cisaillement de  $12s^{-1}$  mesuré au viscosimètre Haake VT550. Elle doit être de préférence soluble dans l'eau à température ambiante.

Par « ciment », on entend une composition « moulable » formée par un mélange particulaire, sec ou humide, apte à prendre en masse. Le ciment peut être « inactivé », c'est-à-dire dans un état moulable stable, ou « activé », c'est-à-dire dans le processus de prise en masse. L'état activé résulte classiquement du mélange avec de l'eau. Le ciment selon l'invention peut être dans l'un quelconque des états activé et désactivé, c'est-à-dire en particulier comporter de l'eau ou non. C'est pourquoi sa composition est définie en pourcentages en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale et de la résine thermodurcissable, sans prendre en considération l'eau.

La résine thermodurcissable peut être présente dans le ciment selon l'invention sous forme de poudre ou sous forme liquide, la forme poudreuse étant préférée.



De préférence, le ciment comporte plus de 60% de carbure de silicium, en pourcentage en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable. En effet, la résine thermodurcissable permet avantageusement d'augmenter la teneur en carbure de silicium à des teneurs  
5 supérieures à 60% tout en conservant une résistance thermomécanique satisfaisante. L'extraction des métaux précieux lors du recyclage du corps filtrant en est ainsi facilitée. La réutilisation du carbure de silicium est également simplifiée.

Pour faciliter le recyclage, il est également préférable que le ciment ne contienne pas de fibres céramiques.

10 Des ciments ne contenant pas de fibres céramiques et présentant des teneurs élevées en carbure de silicium sont connus, notamment pour le jointoiment de corps filtrants ne contenant pas de fibres céramiques. Ces ciments sont typiquement à base de poudre ou de grains de carbure de silicium, d'un liant céramique de type aluminat de chaux pour la prise à froid et d'une phase liante céramique haute température. Ces  
15 ciments présentent cependant une réfractarité plus faible à chaud du fait de la présence d'aluminat de chaux, ce qui affaiblit le joint lors de contraintes extrêmes, notamment lors d'une régénération complète.

La présence d'une résine thermodurcissable dans le ciment selon l'invention permet avantageusement de limiter la teneur en liant céramique pour la prise à froid. Le  
20 ciment peut ainsi présenter une teneur en CaO inférieure à 0,5 %, en pourcentage en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable. De préférence, le ciment selon l'invention ne comporte pas de CaO. L'affaiblissement occasionné par CaO est ainsi avantageusement limité.

Le ciment selon l'invention peut comporter de l'argile, en particulier une argile  
25 réfractaire de type ball-clays, bentonite, voire kaolins. L'argile est en effet classiquement ajoutée pour augmenter la résistance du joint après séchage. Elle implique cependant des quantités élevées d'eau dans le ciment, et donc une augmentation du risque de fissuration. La présence de résine thermodurcissable dans le ciment permet avantageusement de réduire la quantité d'argile tout en garantissant une adhésion  
30 acceptable.

De préférence, le ciment comporte encore entre 0,1 et 0,5% en masse d'un dispersant, en pourcentage en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable. Le dispersant peut



être par exemple choisi parmi les polyphosphates de métaux alcalins ou les dérivés méthacrylates. Tous les dispersants connus sont envisageables, ioniques purs, par exemple HMPNa, stériques purs, par exemple de type polyméthacrylate de sodium ou combiné. L'ajout d'un dispersant permet de mieux répartir les particules fines, de taille inférieure à 50 µm, et favorise ainsi la résistance mécanique du joint.

De préférence, le dispersant, ou « défloculant », est incorporé au mélange particulaire sec sous forme de poudre.

Outre les constituants mentionnés ci-dessus, le ciment selon l'invention peut également comporter un ou plusieurs additifs de mise en forme ou de frittage utilisés classiquement, dans les proportions bien connues de l'homme du métier. Comme exemples d'additifs utilisables, on peut citer, de façon non limitative :

- des liants temporaires organiques (c'est-à-dire éliminés en tout ou en partie lors du traitement thermique), tels que des résines, des dérivés de la cellulose ou de la lignone, comme la carboxyméthylcellulose, la dextrine, des polyvinyle alcools, etc.
- des agents de prise chimiques, tels que l'acide phosphorique, le monophosphate d'aluminium, etc. ;
- des promoteurs de frittage tels que le bioxyde de titane ou l'hydroxyde de magnésium ;
- des agents de mise en forme tels que les stéarates de magnésium ou de calcium.

La préparation d'un ciment selon l'invention s'effectue selon les procédés conventionnels de fabrication des ciments.

Dans une première étape, les matières particulières sont classiquement mélangées jusqu'à obtention d'un mélange homogène. De préférence la résine thermodurcissable est incorporée pendant cette étape sous forme d'une poudre.

Un agent catalyseur de la résine destiné à accélérer la prise en masse de la résine après activation du ciment, de préférence sous forme d'une poudre, peut être également ajouté pendant cette première étape.

Le mélange obtenu peut être conditionné et commercialisé. Si ce mélange comporte la résine thermodurcissable, il constitue un ciment désactivé selon l'invention. De préférence ce mélange contient au moins une partie des différents additifs en poudre nécessaires. Une partie de ces derniers peut cependant être ajoutée à la deuxième étape.

Dans la deuxième étape, de l'eau est ajoutée au mélange particulaire. De préférence on ajoute moins de 40%, et/ou au moins 10%, de préférence au moins 15%, en pourcentage en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau, et de la résine thermodurcissable.

5 La résine est de préférence choisie pour se dissoudre dans l'eau pour diminuer sa viscosité. De préférence, la résine est dissoute dans l'eau avant que ce mélange ne soit ajouté au mélange particulaire.

Un agent catalyseur de la résine, de préférence sous forme d'une poudre, peut être également ajouté pendant cette deuxième étape. Les agents catalyseurs, par  
10 exemple l'alcool furfurylique ou l'urée, sont adaptés à chaque type de résine et bien connus de l'homme du métier.

Le mélange humide est ensuite malaxé jusqu'à obtention d'un ciment pâteux. L'ajout d'eau provoque l'activation de ce ciment selon l'invention, c'est-à-dire engage son processus de prise en masse. Ce ciment peut alors être interposé entre les blocs filtrants  
15 d'un corps filtrant ou en périphérie d'un corps filtrant.

Classiquement, après sa mise en place entre les blocs filtrants, le ciment est séché à une température de préférence comprise entre 100 et 200°C, de préférence sous air ou atmosphère contrôlée en humidité, de préférence de manière que l'humidité résiduelle reste comprise entre 0 et 20%. Classiquement la durée de séchage est  
20 comprise entre 15 minutes et 24 heures selon le format du joint.

Si l'application le nécessite, le ciment est « traité thermiquement », c'est-à-dire cuit, de préférence sous atmosphère oxydante, de préférence à pression atmosphérique, à une température comprise entre 400°C à et 1200°C, de manière à former un joint réfractaire. Cette opération de traitement thermique est bien connue de l'homme du  
25 métier. La durée de la cuisson, généralement comprise entre 1 et 20 heures environ de froid à froid, est variable en fonction des matériaux mais aussi de la taille et de la forme des joints réfractaires à fabriquer.

Pendant l'opération de traitement thermique, la résine se décompose plus ou moins en fonction de la température. La présence de résine résiduelle après traitement  
30 thermique améliore la cohésion du corps filtrant, y compris pendant l'étape de caning. Si la température de traitement thermique est supérieure à la température de décomposition de la résine, la teneur en résine diminue, mais un début de céramisation permet alors



d'assurer la cohésion du corps filtrant. La résine agit alors avantageusement comme un « relai de prise ».

Selon la résine utilisée, le durcissement de la résine peut s'effectuer à température ambiante, de préférence à la température de séchage, à la température de traitement thermique ou nécessiter une irradiation, par exemple aux ultraviolets, ou un chauffage complémentaire.

Le ciment selon l'invention s'est avéré non seulement adapté à la solidarisation de blocs filtrants d'un corps filtrant prévus pour la filtration des gaz d'échappement d'un moteur à combustion interne d'un véhicule automobile, mais également pour former le revêtement périphérique ou « coating » classiquement disposé sur la surface latérale périphérique des corps filtrants. L'invention concerne ainsi également l'utilisation d'un ciment selon l'invention pour constituer le revêtement périphérique latéral d'un corps filtrant, que celui-ci soit monobloc, c'est-à-dire non assemblé, ou au contraire constitué par assemblage d'une pluralité de blocs filtrants. L'invention concerne en particulier un corps filtrant comportant une pluralité de blocs filtrants solidarisés au moyen d'un joint obtenu à partir d'un ciment selon l'invention et dont la surface périphérique latérale est recouverte par un revêtement obtenu à partir du même ciment.

Les exemples suivants, rassemblés dans le tableau 1, sont fournis à titre illustratif et non limitatif.

La préparation des ciments testés est effectuée en malaxeur de type planétaire non intensif selon une procédure classique comportant :

- un malaxage à sec, pendant 2 minutes, des poudres et grains avec, le cas échéant, le dispersant, puis
- un ajout d'eau, avec éventuellement du liant (polysaccharide) et, le cas échéant du catalyseur, puis
- un malaxage pendant 10 minutes jusqu'à obtention d'une consistance suffisante pour une application comme ciment de jointoiement.

Les références 1 et 2 (« Réf. 1 » et « Réf 2 ») sont des ciments selon la technique antérieure. La référence 2 correspond à un ciment fibreux tel que décrit dans EP 0 816 065.

- La partie supérieure du tableau 1 fournit la formulation de mélanges particuliers secs utilisés, en pourcentages. Ces pourcentages sont des pourcentages en masse par rapport à la masse du mélange considéré. La partie inférieure du tableau 1, sous la ligne « Total », fournit les ajouts aux mélanges secs pour former les ciments à tester. Dans
- 5 cette partie inférieure, les pourcentages sont exprimés par rapport à la masse des mélanges secs de la partie supérieure.



Tableau 1

	Réf 1	Réf 2	1	2	3	4
<b>Formulations des mélanges particulaires secs</b>						
Poudre de SiC (diamètre médian : 0,3 µm)		50				
Fibres silice-alumine Longueur <100µm ; <5% de shot		38,5				
Silice colloïdale ( à 30% de SiO <sub>2</sub> )		11,5				
Mélange granulaire de carbure de silicium. Tailles comprises entre 0 à 0,5mm teneur en SiC>98%	80,0		82	85	88,0	70
Argile à 40% d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>						
Aluminate de Calcium (type CA270)	5,0			1,5		
Alumine calcinée	10,0		13,0	9,5	8,0	20,0
Fumée de silice	5,0		5,0	4,0	4,0	10,0
<b>Total</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>
<b>Ajouts</b>						
Résine epoxy en poudre	non	non	0,2	0,2	0,3	0,2
polysaccharide : dérivés de méthylcellulose en poudre	0,5	0,5	0,2	0,2	0,2	0,2
Défloculant /dispersant en poudre			0,3	0,3	0,3	0,3
Agent catalyseur de la résine			0,8	0,8	1,5	0,8
Eau	30	39	17	17	18	15
<b>Caractérisations</b>						
Test d'adhésion (kg/cm <sup>2</sup> )	2,5	3,5	3,8	3,7	3,6	4,1
<b>Composition sur calciné 750°C/0,5h</b>						
SiC	78	57,0	80	83,5	86	69
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12	15,0	13	10,5	8,5	20
SiO <sub>2</sub>	7,5	25,0	6	4,0	4,5	10
CaO	1,0	<1%		1,0		
Autres espèces dont impuretés	1,5	<2%	1,0	1,0	1,0	1,0

De manière équivalente, le tableau 1' suivant fournit la composition des mélanges particuliers 1 à 4 en pourcentages en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau, et de la résine thermodurcissable.

	1	2	3	4
Mélange granulaire de carbure de silicium. Tailles comprises entre 0 à 0,5 mm. Teneur en SiC>98%	81,8	84,8	87,7	69,9
Argile à 40% d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>				
Aluminate de Calcium (type CA270)		1,5		
Alumine calcinée	13	9,5	8	19,9
Fumée de silice	5	4	4	10
Résine époxy en poudre	0,2	0,2	0,3	0,2
Total	100,0	100,0	100,0	100,0

5

Le tableau 1 résume également les résultats à un test d'adhésion.

Le test d'adhésion fournit la force à la rupture lors d'un test de flexion sur 3 blocs filtrants à base de carbure de silicium assemblés, ces blocs présentant des dimensions extérieures de 33\*33\*150mm, une épaisseur de paroi de 0,3mm et des cellules ou « canaux » de 1,8mm\*1,8mm. Ces blocs étaient assemblés au moyen de joints de ciment de 2mm d'épaisseur, un séchage à 120°C pendant 12h ayant suivi la mise en place du ciment.

Les analyses chimiques ont été réalisées sur des échantillons de ciment séchés à 120°C et réduits en poudre, laquelle a été précalcinée sous air à 750°C pendant 0,5h environ selon la pratique de préparation pour analyse chimique bien connue de l'homme de l'art. La teneur en carbure de silicium a été plus particulièrement mesurée par LECO.

15

Le tableau 1 démontre l'effet bénéfique de la présence de la résine thermodurcissable sur l'adhésion entre les blocs unitaires.

Par ailleurs, des filtres ont été réalisés avec les ciments dont les formulations figurent dans le tableau 1. Ces filtres n'ont pas montré de différences significatives de tenue thermomécanique.

20

Bien entendu, la présente invention n'est pas limitée aux modes de réalisation décrits, fournis à titre illustratif et non limitatif.

En particulier, la présence d'argile ou de fibres céramiques n'est pas exclue. Le ciment selon l'invention peut également contenir des fibres hydrosolubles.

Le ciment selon l'invention peut être utilisé non seulement pour former un joint 27 d'assemblage de blocs filtrants, mais aussi pour former un joint périphérique 28.

5



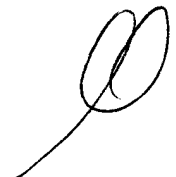


REVENDEICATIONS

1. Ciment destiné notamment à la solidarisation d'une pluralité de blocs filtrants d'un corps filtrant d'un filtre à particules de gaz d'échappement d'un moteur à combustion interne d'un véhicule automobile, ou à servir de revêtement périphérique pour un tel corps filtrant, ledit ciment comportant une teneur en carbure de silicium comprise entre 30 et 90 %, caractérisé en ce qu'il comporte au moins 0,05 % et moins de 5% d'une résine thermodurcissable, les pourcentages étant des pourcentages en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable.
2. Ciment selon la revendication 1 comportant moins de 1 % de ladite résine thermodurcissable, en pourcentage en masse par rapport à la masse totale de la résine thermodurcissable et de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle.
3. Ciment selon l'une quelconque des revendications 1 et 2 dans lequel la résine thermodurcissable est choisie parmi les résines époxyde, silicone, polyimide, phénolique et polyester.
4. Ciment selon l'une quelconque des revendications précédentes comportant plus de 60% de carbure de silicium, en pourcentage en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable.
5. Ciment selon l'une quelconque des revendications précédentes ne contenant pas de fibres céramiques.
6. Ciment selon l'une quelconque des revendications précédentes comportant entre 0,1 et 0,5% en masse d'un dispersant, en pourcentage en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable.



7. Ciment selon l'une quelconque des revendications précédentes présentant une teneur en CaO inférieure à 0,5 %, en pourcentage en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable.
- 5 8. Ciment selon l'une quelconque des revendications précédentes présentant une teneur en eau de moins de 40% et/ou d'au moins 10%, en pourcentage en masse par rapport à la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau, et de la résine thermodurcissable.
9. Ciment selon l'une quelconque des revendications précédentes dans lequel le  
10 carbure de silicium, l'alumine et la silice représentent au total au moins 80% de la masse totale de la matière minérale, hormis l'eau éventuelle, et de la résine thermodurcissable.
10. Corps filtrant, notamment pour un filtre à particules de gaz d'échappement d'un  
15 moteur à combustion interne d'un véhicule automobile, comportant une pluralité de blocs filtrants solidarisés au moyen d'au moins un joint intercalé entre lesdits blocs filtrants et conformé de manière à s'opposer au passage desdits gaz d'échappement entre lesdits blocs filtrants, caractérisé en ce que
- le joint est obtenu par durcissement d'un ciment selon l'une quelconque des revendications précédentes, et/ou
  - 20 - le corps filtrant comporte un revêtement périphérique (27') obtenu par traitement thermique à partir d'un ciment selon l'une quelconque des revendications précédentes.
11. Corps filtrant selon la revendication précédente, dans lequel les blocs filtrants assemblés comportent au moins 50 % de carbure de silicium.
- 25 12. Corps filtrant monobloc, notamment pour un filtre à particules de gaz d'échappement d'un moteur à combustion interne d'un véhicule automobile, comportant un revêtement périphérique (27') obtenu par traitement thermique à partir d'un ciment selon l'une quelconque des revendications 1 à 9.



1/1

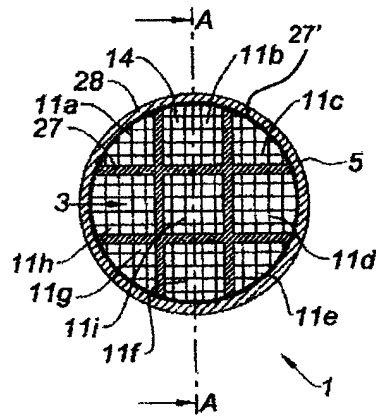


Fig. 1

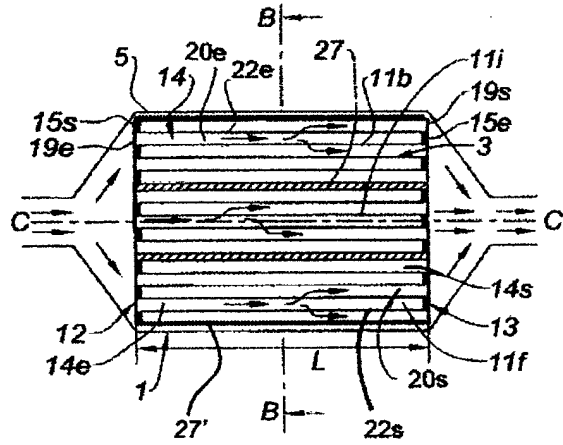


Fig. 2