



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103402601 B

(45) 授权公告日 2016. 02. 17

(21) 申请号 201280007492. 6

(22) 申请日 2012. 01. 24

(30) 优先权数据

61/439, 581 2011. 02. 04 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2013. 08. 02

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2012/022360 2012. 01. 24

(87) PCT国际申请的公布数据

W02012/106149 EN 2012. 08. 09

(73) 专利权人 恩特格林斯公司

地址 美国马萨诸塞州

(72) 发明人 罗伯特·S·瑟勒

(74) 专利代理机构 北京银龙知识产权代理有限公司

11243

代理人 许静 黄灿

(51) Int. Cl.

B01D 39/20(2006. 01)

(56) 对比文件

EP 0457611 A2, 1991. 05. 17, 说明书第 3 页

第 30-46 行, 第 4 页第 15 行 - 第 5 页第 5 行 .

EP 0457611 A2, 1991. 05. 17, 说明书第 3 页
第 30-46 行, 第 4 页第 15 行 - 第 5 页第 5 行 .

CN 10300876 A, 2001. 06. 27, 说明书第 2 页
第 3-4 段, 附图 3、7.

EP 0057848 B1, 1982. 08. 18, 全文 .

WO 99/03559 A1, 1999. 01. 28, 全文 .

审查员 师琪

权利要求书1页 说明书9页 附图6页

(54) 发明名称

烧结粉末和金属纤维的多孔金属膜

(57) 摘要

本发明揭示一种烧结多孔体, 其由金属粒子与金属纤维的可流动空气沉降混合物的压坯 (green compact) 制成。该压坯经烧结以提供具有金属粒子及金属纤维在整个基体中的各向同性分布的该多孔烧结体。该多孔烧结体包括充当节点且与纤维烧结的金属粒子且纤维的部分与其它纤维烧结。

1. 一种多孔烧结体,其包含:

具有多孔结构的烧结在一起的金属粉末粒子与金属纤维的各向同性组成物,其中金属粉末粒子为与多孔烧结体中之一或多个金属纤维的部分烧结的节点,且金属纤维与整个多孔烧结体中之一或多个其他金属纤维的部分烧结,其中多孔烧结体包含 a) 尺寸为 10 微米或更小的孔, b) 在 14 磅 / 平方吋的压力差下测定时大于每平方公分多孔烧结体 1.7 标准公升 / 分钟空气的空气渗透性, c) 在每平方公分多孔烧结体 2 标准公升 / 分钟下使用尺寸分布集中于 0.014 微米的粒子分布的气溶胶挑战厚度为 0.28 公分的多孔烧结体, LRV 大于 6, d) 25 至 125 的纵横比, 及 e) 至少 58% 的孔隙率。

2. 如权利要求 1 的多孔烧结体,其中多孔烧结体的第一表面所具有的金属粉末粒子及金属纤维的分布与多孔烧结体的第二表面的金属粉末粒子及金属纤维的分布几乎相同。

3. 一种扩散器,其包含如权利要求 1 的多孔烧结体。

4. 一种过滤器,其包含如权利要求 1 的多孔烧结体。

5. 一种多孔烧结体,其是由以下步骤所制造,步骤包含:

(i) 将金属粉末粒子与金属纤维掺合在一起以使静电电荷散逸且达成金属粉末粒子与金属纤维的均匀混合物;及

(ii) 使均匀混合物烧结在一起以形成多孔烧结体,其包含:具有多孔结构的烧结在一起的金属粉末粒子与金属纤维的各向同性组成物,其中金属粉末粒子为与多孔烧结体中之一或多个金属纤维的部分烧结的节点,且金属纤维与整个多孔烧结体中之一或多个其它金属纤维的部分烧结,其中多孔烧结体包含 a) 尺寸为 10 微米或更小的孔, b) 在 14 磅 / 平方吋的压力差下测定时大于每平方公分多孔烧结体 1.7 标准公升 / 分钟空气的空气渗透性, c) 在每平方公分多孔烧结体 2 标准公升 / 分钟下使用尺寸分布集中于 0.014 微米的粒子分布的气溶胶挑战厚度为 0.28 公分的多孔烧结体, LRV 大于 6, d) 25 至 125 的纵横比, 及 e) 至少 58% 的孔隙率。

6. 如权利要求 1、2 或 5 中任一项的多孔烧结体,其中金属纤维具有 1 至 20 微米的直径。

7. 如权利要求 6 的多孔烧结体,其中金属纤维具有 1 至 2 微米的直径。

8. 如权利要求 1、2 或 5 中任一项的多孔烧结体,其中金属粉末粒子具有不大于 10 至 100 微米的尺寸。

9. 如权利要求 1、2 或 5 中任一项的多孔烧结体,其中金属粉末粒子与金属纤维彼此独立地为镍或不锈钢。

10. 一种多孔烧结体,其包含:

具有多孔结构的烧结在一起的金属粉末粒子与金属纤维的各向同性组成物,其中金属粉末粒子为与多孔烧结体中之一或多个金属纤维的部分烧结的节点,且金属纤维与整个多孔烧结体中之一或多个其他金属纤维的部分烧结,其中多孔烧结体包含 a) 尺寸为 2 微米的孔, b) 在 14 磅 / 平方吋的压力差下测定时大于每平方公分多孔烧结体 3 标准公升 / 分钟空气的空气渗透性, c) 在每平方公分多孔烧结体 2 标准公升 / 分钟下使用尺寸分布集中于 0.014 微米的粒子分布的气溶胶挑战厚度为 0.28 公分的多孔烧结体, LRV 大于 8, 及 d) 33 至 67 的纵横比。

烧结粉末和金属纤维的多孔金属膜

[0001] 相关申请案

[0002] 本申请案主张 2011 年 2 月 4 日申请的美国临时申请案第 61/439,581 号的权益。上述申请案的整体教示内容以引用的方式并入本文中。

背景技术

[0003] 由金属制成的气体过滤介质的效能主要视所用原料而定。气体中的粒子移除效率与材料总内表面积呈函数关系。因此,最适合的材料为具有较大的表面积与体积的比率的材料。较小且具有不规则形状的金属粒子或纤维最适合于制造气体过滤介质。当前高效全金属气体过滤器一般有 2 个类别。第一个为由精细金属粉末制成的过滤器,一般小于 20 微米且通常为 1 微米至 3 微米。一实例为 Entegris「Wafergard® III」系气体过滤器或 Mott「Gas Shield®」系过滤器。第二个为由小直径金属纤维制成的过滤器,该等纤维的直径为 5 微米或更小。此种过滤器的实例为 Pall「Gaskleen®」系过滤器及 Mott「Defender」过滤器。

[0004] 一般而言,与由纤维制成的过滤器相比,由粉末制成的过滤器由于用于其制造的粉末冶金方法而具有较低渗透性。难以使用粉末制造具有足够低以确保高渗透性的密度的固态多孔基体。另一方面,来自纤维的固态材料可使用非编织技术制造,从而产生具有高渗透性的极低密度的材料。由粉末金属制成的多孔材料倾向于具有较强结构且由纤维材料制成的多孔材料倾向于具有相对较弱的结构。

[0005] 一般而言,使用传统粉末金属方法制造采用粉末的高效气体过滤材料:将粉末倾倒入模具中,加压该模具以形成黏着、仍易碎的「生坯形式(green form)」且烧结此生坯形式以在离散金属粒子之间形成牢固连结。此方法简单、直接且被广泛实践。

[0006] 纤维本身并不适合于粉末金属方法,此主要归因于引起纤维广泛缠结及「凝块」的较大静电力。其不像粉末般「流动」。不借助电荷减少剂就无法均匀地填充模具且加压成为问题。不可能形成复杂的几何形状。典型地,介质局限于平板垫,其通过使用水或空气沉降来沉积纤维而形成,该等方法常用于形成非编织物。接着可烧结此等材料以在离散纤维之间形成连结。

[0007] 日本专利摘要 JP06-277422 揭示一种制造过滤器介质的方法,其使得金属纤维 11 及金属粉末 12 分散并漂浮于液体中,接着在金属纤维 11 与金属粉末 12 的掺合物在液体中沉降后形成由该掺合物组成的混合产物,随后烧结该混合产物。根据此申请案,当混合物沉降时,金属粉末沉降快于金属纤维。因为金属纤维 11 及金属粉末 12 在悬浮于液体中时经均匀地混合,所以可在纤维及粉末已沉降于滴水板 5 上后至少平行于积累平面维持极均匀的混合物。此外,根据此揭示案,如 JP06-277422 的图 2 中所示,在厚度方向上混合物的混合比率存在一些变化。所揭示的方法较复杂且需要具有喷射板、滴水板的大槽,并需要在金属纤维及金属粒子悬浮于液体中后移除喷射板。未揭示形成诸如管的复杂过滤器结构的方法。

[0008] 日本专利摘要 JP05-245317 揭示一种用于自内燃机、尤其柴油机的废气移除有害

组分的过滤器或催化剂体,其具备至少一个金属线或金属纤维织物层。将呈粉末、颗粒、纤维片段或纤维碎片形式的烧结材料引入筛网中且烧结于金属线或纤维上。该织物以斜纹线织物形式形成,且将烧结材料 4 引入筛网 5 中并与金属线或纤维 2、3 烧结在一起。所揭示的结构含有隔离的烧结粉末区域及纤维与粉末区域。

[0009] 日本专利摘要 JP2010-142785 揭示一种过滤器总成 1,其由金属多孔体构成,具有至少两个或两个以上圆柱形过滤器体 2,该等圆柱形过滤器体在轴线方向上具有视情况存在的长度,彼此在基底部件 3 中相隔排列,且该总成由外壳容器 5 包封,其中该金属过滤器体 2 包含具有非圆形横截面表面且具有平坦表面 6 的圆柱体,其中描绘轮廓的外部线条的一部分在整个圆周长度(L0)的 5-48% 及平坦表面 6 的宽度尺寸(L1)上平坦且其它圆柱形过滤器体 2 的平坦表面 6 以指定间隔相对排列。在过滤器总成 1 中,过滤器体在外部圆周表面上具备复数个突起且包括通过连接该等突起的(1/2H)平均高度的点所形成的虚拟平均线之一部分形成平坦表面的突起。金属过滤器体由包含不锈钢纤维及/或不锈钢粉末状材料的分层烧结多孔体形成。所揭示的金属过滤器具有分层结构。

[0010] Zeller 等人的美国专利第 7,329,311 号揭示一种复合材料,其中构成该复合物的粉末状奈米粒子材料的直径可小于约 1000 奈米。如同多孔基底材料,此等奈米粒子材料可为金属、金属合金、陶瓷、热塑性塑料或此等材料的混合物。起始奈米粒子渗入多孔基底材料中,且可具有包括(但不限于)球体、树状突起、纤维或此等粒子的混合物的形状。所揭示的复合物具有多孔基底材料及渗入该基底的孔隙中的粉末状烧结奈米粒子材料。

[0011] Kostornov 等人,Powder Metallurgy and Metal Ceramics,第 22 卷,第 4 期,288-290(由 Poroshkovaya Metallurgiya,第 4(244)期,第 53-56 页,1983 年 4 月翻译而来)揭示烧结湿式混合的 PNK-1 羰基镍粉末、通过切割 50 微米金属线所制得的镍纤维,及 0.08 微米至 0.125 微米尺寸的挥发性孔隙形成剂碳酸氢铵。通过湿式混合将用量范围为 25% 至 75% 的镍纤维添加至羰基镍粉末及孔隙形成剂碳酸氢铵中。未描述烧结复合物的结构且未揭示复合膜结构。

[0012] Tumilovich 等人,Powder Metallurgy and Metal Ceramics,第 31 卷,第 3 期,239-242(由 Poroshkovaya Metallurgiya,第 3 期,第 56-60 页,1992 年 3 月翻译而来)揭示使用湿式混合技术及甘油烧结 63 微米至 100 微米铜粉与 50 微米×3700 微米铜纤维,其中纤维的量在 0% 至 100% 的范围内变化。为避免试样失败,移除甘油,因为其会在 290℃ 下分解。烧结产物的孔径在约 15 微米至 50 微米的范围内变化,其中纤维含量为 0% 至 50%。含 20% 纤维的材料样品的断层扫描图似乎显示纤维与粉末分离且未显示粒子充当烧结产物中的纤维的节点。

[0013] 美国专利第 7,445,853 号揭示一种分层过滤器结构,第一层包括多孔金属层且第二层包括烧结短金属纤维的自撑层。将第一层与第二层烧结在一起。除短金属纤维外,第二层可包括其它金属粒子,诸如长金属纤维或金属粉末粒子或短金属纤维与金属粉末粒子的组合。此文献揭示第二层可具有 20% 至 80% 短金属纤维及 20% 至 80% 金属粉末粒子。第二层的孔隙率可在 50% 与 85% 之间的范围内。此材料不具有粒子及纤维在其整个块体中的均匀分布且未揭示复合膜结构的形成。

发明内容

[0014] 本发明的变型包括一种多孔烧结体,其为具有多孔结构的烧结在一起的金属粒子与金属纤维的各向同性组成物。该组成物中的金属粒子为与该多孔烧结体中之一或多个金属纤维的部分烧结的节点;该等金属纤维与整个多孔烧结体中之一或多个其它金属纤维的部分烧结。该各向同性组成物的平均孔径为 10 微米或更小。

[0015] 各向同性组成物可成型为多孔片状膜或可成型为复杂形状,诸如(但不限于)多孔管状多孔膜或套环状多孔膜。此等多孔膜的特征可为具有具相同金属粒子与金属纤维的分布的相对表面。多孔烧结体可用作过滤器组件或扩散器且可连接于外壳。

[0016] 在组成物的一些变型中,金属粒子部分熔化且与纤维熔合。

[0017] 在本发明的变型中,多孔烧结体的透气性大于在 14 磅/平方吋的压力差下每平方公分多孔烧结体面积 1.7 标准公升/分钟空气且如当使用呈气溶胶形式的尺寸分布集中于约 0.014 微米的数百万粒子挑战多孔烧结体时所测定,样品多孔烧结体的 LRV 大于 6LRV。

附图说明

[0018] 根据以下对本发明的实施例具体实例的更特定的描述且如附图中所说明,前述内容将为显而易知的,其中在不同视图中相同参考字符系指相同部分。该等图式未必按比例绘制,而是着重于说明本发明的具体实例。

[0019] 图 1A 展示呈原始状态的 1.5 微米不锈钢(SS)纤维。

[0020] 图 1B 展示原始不锈钢(SS)粉末。

[0021] 图 2 展示纤维粉末混合物。

[0022] 图 3A 为金属粒子与金属纤维的烧结可流动掺合物的 SEM。

[0023] 图 3B 为多孔烧结体的扫描电子显微照片,其说明金属粒子与纤维熔合且充当多孔结构中的节点。

[0024] 图 4 为渗透性比较,其展示空气流通过 SS 粉末管相对于纤维/粉末管所需的压力。

[0025] 图 5 为纤维/粉末相对于单独粉末的 LRV 值(在约 2slpm/cm² 下之 LRV)的比较。

[0026] 图 6 为图 3A 中所示的各向同性多孔烧结体(多孔烧结膜)的横截面的另一视图。

[0027] 图 7 (先前技术)展示过滤器介质 13,其说明金属纤维 11 与过滤器表面呈平行关系定向。在此过滤器组件中,金属粉末 12 与纤维的混合物平行于积累平面更为均匀,而在厚度方向上显示粉末与纤维的混合比率的变化;过滤器介质为非各向同性介质(由 JP06-277422 的图 2 绘制)。

具体实施方式

[0028] 当描述各种组成物及方法时,应了解本发明并不限于所述的特定分子、组成物、设计、方法或方案,因为此等因素可变化。亦应了解,描述中所用的术语仅用于描述特定变型或具体实例的目的,且不欲限制本发明的范畴,本发明的范畴将仅受随附申请专利范围限制。

[0029] 也必须注意,除非本文另外明确指示,否则如本文及随附申请专利范围中所使用,单数形式「一(a)」、「一(an)」及「该(the)」包括复数含义。因此,举例而言,对「纤维(fiber)」的提及为对一或多个纤维及熟习此项技术者已知的其等效物的提及,诸如此类。

除非另有定义,否则本文中所使用的所有技术及科学术语具有与一般技术者通常所了解相同的含义。与本文所述类似或等效的方法及材料均可用于本发明的具体实例的实践或测试中。本文所提及的所有公开案均以全文引用的方式并入本文中。本文中的任何内容均不应解释为承认本发明无权先于由先前发明所作的此类揭示内容。「视情况(optional)」或「视情况地(optionally)」意谓随后所述的事件或情形可能发生或可能不发生,且该描述包括事件发生的情况及事件未发生的情况。本文中的所有数值均可由术语「约(about)」修饰,无论是否明确指出皆然。术语「约」一般指熟习此项技术者将认为等效于所述值(也即具有相同功能或结果)的数字范围。在一些具体实例中,术语「约」指所述值 $\pm 10\%$,在其它具体实例中,术语「约」指所述值 $\pm 2\%$ 。虽然用「包含」(解释为意谓「包括(但不限于)」)各种组分或步骤的词语来描述组成物及方法,但组成物及方法亦可「基本上由」各种组分及步骤「组成」或「由」各种组分及步骤「组成」,该术语应解释为定义基本上封闭或封闭的成员群。

[0030] 尽管已关于一或多个具体实例展示及描述了本发明,但熟习此项技术者基于对本说明书及附图的阅读及理解将想到等效变化及修改。本发明包括所有该等修改及变化且仅受以下申请专利范围的范畴限制。另外,虽然可能已关于若干个具体实例中的仅一者来揭示本发明的特定特点或态样,但该特点或态样可与其它具体实例之一或多个其它特点或态样组合,因为可能为任何既定或特定应用所需且有利于该等应用。此外,就实施方式或申请专利范围中使用术语「包括(includes)」、「具有(having)」、「具有(has)」、「具(with)」或其变体而言,该等术语意欲以类似于术语「包含(comprising)」的方式为包括性的。又,术语「例示性(exemplary)」仅意欲意谓一实例,而非最佳实例。也应了解,出于简明性及易于理解的目的,本文所述的特点、层及 / 或组件以特定尺寸及 / 或相对于彼此的位向说明,且实际尺寸及 / 或位向可能实质上与本文所说明的不同。

[0031] 多孔金属气体过滤器一般提供高粒子滞留作用,但会因以下一或多者而受损:低渗透性、低强度或不能容易制造更复杂的几何形状,此问题通过烧结微米尺寸型金属纤维及微米尺寸型金属粉末的具有各向同性分布的压实生坯形式而克服。所得粒子及纤维的多孔烧结体具有与纤维烧结的粒子节点在整个烧结体中的各向同性分布。多孔烧结体具有高粒子滞留效率(大于 6 对数滞留值(log retention value, LRV))、高气体渗透性(类似于仅纤维的烧结体)且具有高强度(2000 磅 / 平方寸或更大,经黏土粒子堵塞的样品的油破裂压力)。多孔烧结体既可制成简单片状,又可制成更复杂的形状(如管状)且可用于各种流体(气体、液体、超临界流体)中的粒子过滤或用作腔室中的气体的扩散器。

[0032] 烧结在一起的粒子及纤维在多孔体中的各向同性分布的一个优点在于其在整个多孔烧结体中提供均匀机械强度、均匀渗透性及均匀粒子滞留。粒子及纤维在多孔烧结体中的各向同性分布亦为将多孔烧结体联结于过滤器或扩散器的外壳中提供均匀表面。粒子及纤维在多孔烧结体中的各向同性分布的另一优点在于除由材料形成的薄片外,可制备复杂形状的烧结体。举例而言,复杂形状的多孔烧结体包括(但不限于)套环状密封垫过滤器、管状过滤器及其它形状的过滤器组件。此等形状的组件可通过将粒子及纤维压制成可加以处理的生坯形式,接着烧结该生坯形式以制造最终产物来制得。

[0033] 本发明的变型的特征也可各向同性复合物,其为金属纤维与金属粒子在整个多孔烧结体块体中的烧结混合物。各向同性复合物展现当在各个方向上沿多孔烧结体样品的轴线量测时具有相同平均值的性质。举例而言,多孔烧结体样品的平均孔径、密度或孔隙率

在各个方向上均相同。平均孔径可通过样品截面的 SEM 分析来测定;密度亦可针对样品截面测定。

[0034] 粉末粒子及纤维的空气沉降分布产生具有粒子及纤维的各向同性分布的块体,其可压制或可被处理且可被烧结的复杂生坯形式的形状。粉末粒子及纤维的空气沉降分布产生粒子及纤维在多孔烧结体中的各向同性分布,其中粉末粒子为与一或多个纤维的部分烧结的节点,且纤维与整个多孔烧结体中之一或多个其它纤维的部分及粒子烧结。

[0035] 在本发明的变型中粒子及纤维在整个多孔烧结体中的分布可通过作多孔烧结体截面图且测定粒子节点面积或对样品显微图区域中的粒子节点数目计数来特性化,参见例如如图 3A 及图 3B。粒子及纤维的「各向同性分布」为膜的第一区域中的粒子节点面积或粒子节点数目在膜的另一区域中的粒子节点面积或粒子节点数目的 $\pm 25\%$ 内。在本发明的一些变型中,粒子及纤维在本发明的多孔体中的各向同性分布使得膜的第一区域中的粒子节点面积或粒子节点数目在膜的另一区域中的粒子节点面积或粒子节点数目的 $\pm 10\%$ 内。

[0036] 本发明的变型包括一种多孔烧结体,其包含烧结在一起的金属粒子与金属纤维在多孔结构中的各向同性分布,该等金属粒子可充当与一或多个金属纤维的部分烧结的节点,且该等金属纤维可与整个该多孔烧结体中之一或多个其它金属纤维的部分烧结。在本发明的一些变型中,金属粒子为节点且与多孔体中的纤维熔合或另外连结。

[0037] 本发明的另一变型为一种多孔烧结体,其包含金属粒子与金属纤维的压制可流动混合物,该混合物为自撑压坯,该自撑压坯可经烧结以形成多孔烧结体,该等金属粒子为与一或多个金属纤维的部分烧结的节点,且该等金属纤维与整个该多孔烧结体中之一或多个其它金属纤维的部分烧结。

[0038] 本发明的一个变型为一种高孔隙率膜过滤器,其包含通过烧结金属纤维及金属粒子的各向同性可流动块体且在膜过滤器组件内形成实质上互连的孔隙的各向同性基体所形成的膜组件,膜过滤器组件的孔隙率介于 45% 与 65% 之间。本发明可进一步包括界定流体管道的过滤器外壳,该外壳包含用于将膜过滤器组件保留在该流体管道中的套壳,该套壳具有前部与后部,多孔膜过滤器组件位于其之间且可密封地连接于套壳,该外壳由此界定过滤流体流经。

[0039] 对数下降值(LRV)定义为两个数目的比率的 $\log_{10}$ 且可用于特性化多孔膜的粒子滞留性质。在本发明情况下,该比率为影响过滤器上游侧的过滤器膜组件的粒子数目与在过滤器下游侧测到的粒子数目的比率。因此,LRV 值 7 将暗指 10⁷ 个粒子的挑战且在下游侧测到 1 个粒子,此比率的 $\log_{10}$ 为 7。通过产生含有尺寸分布集中于约 0.014 微米的数百万粒子的气溶胶,使此气溶胶通过由本发明的变型中的多孔烧结体制成的过滤器并使用凝结核计数器(condensation nucleus counter, CNC)对通过的粒子数目计数来进行测试。在多孔烧结体的变型中,当使用呈气溶胶形式的尺寸分布集中于约 0.014 微米的数百万粒子挑战多孔烧结体时,LRV 大于 6。在一些其它变型中,当使用呈气溶胶形式的尺寸分布集中于约 0.014 微米的数百万粒子挑战多孔烧结体时,多孔烧结体的 LRV 介于 6 与 9 之间。在多孔烧结体的其它变型中,当使用呈气溶胶形式的尺寸分布集中于约 0.014 微米的数百万粒子挑战多孔烧结体时,多孔烧结体的 LRV 介于 7 与 9 之间。

[0040] 本发明的变型中的烧结金属纤维与金属粉末的各向同性组成物的平均孔径为 10 微米或更小。该孔径可通过起泡点方法使用诸如水或异丙醇的流体来测定。用流体填充烧

结体的孔隙,接着经受气体压力直至克服表面张力且气体开始流过烧结体。克服孔隙中的表面张力时的压力为起泡点压力。或者,孔径可由在材料样品的扫描电子显微照片上所量测的最大孔隙尺寸或孔径的平均值确定,参见例如图 3B。在本发明的一个变型中,平均孔径为约 10 微米或更小且各向同性组成物中纤维的量为 40 重量 % 或约 40 重量 %。通过两种方法测得多孔烧结体的孔径小于 10 微米。

[0041] 本发明的变型中的多孔烧结体的孔隙率可为或为至少 55%;在一些变型中,孔隙率在 50% 至 75% 的范围内。

[0042] 对于 0.28 公分厚的样品,本发明的变型中的多孔烧结体的渗透性的特征可为大于在 14 磅 / 平方寸的压力差下每平方公分面积 1.7 标准公升 / 分钟空气。在本发明的一些变型中,对于 0.28 公分厚的样品,本发明的变型中的多孔烧结体的渗透性范围可为在 14 磅 / 平方寸的压力差下每平方公分几何体面积 1.7 标准公升 / 分钟空气至在 14 磅 / 平方寸的压力差下每平方公分几何体面积 3.5 或 3.5 以上标准公升 / 分钟空气。

[0043] 金属粒子与金属纤维烧结在一起以形成本发明的变型中的多孔烧结体。在本发明的一些变型中,金属可为镍或不锈钢。

[0044] 金属粒子的尺寸可为用于形成多孔金属过滤器的尺寸。在本发明的一些变型中,金属粒子具有金属粒子的最大态样在 10 微米至 100 微米的范围内的尺寸。在本发明的一些变型中,金属粒子的最大态样为 15 微米至 25 微米。金属纤维的尺寸可为用于形成多孔金属过滤器的尺寸。在本发明的一些变型中,纤维的直径范围介于 1 微米与 20 微米之间;在本发明的一些变型中,纤维的直径介于 1 微米与 5 微米之间。金属纤维的长度直径比(L/d)可在 25 与 125 之间的范围内。在多孔烧结体的一些变型中,粉末的平均直径或最大尺寸态样为 17 微米至 20 微米,而纤维的平均直径为 1 微米至 2 微米。

[0045] 多孔烧结体的密度可在大于由烧结纤维制成的多孔体的密度至小于或等于仅由烧结粉末制成的多孔体的密度的范围内。在本发明的一些变型中,多孔烧结体的密度可在每立方厘米 1.8 公克至每立方厘米 3.4 公克的范围内。

[0046] 本发明的变型中的烧结金属粒子及金属纤维的多孔烧结体的强度可在仅由烧结粉末制成的金属过滤器组件的破裂压力的 10% 内或更小。在本发明的一些变型中,对于具有 0.32 公分壁厚度及 1.55 公分直径的管而言,多孔烧结体的破裂压力为 2,200 磅 / 平方寸或更大。样品的强度可由样品的破裂压力特性化,该破裂压力可通过用精细黏土粉阻塞孔隙且用油加压直至样品破裂并记录破裂时的压力来量测。

[0047] 粉末及纤维的分布的特征为粉末「吸附」或「散逸」粉末与纤维的混合物中的纤维表面上的许多静电能量或电荷且可使混合物形成能够「流动」的组成物。然而,其为可实现高渗透性的纤维,因此本发明的变型中所用的掺合物为具有可能最大百分比的纤维同时仍维持混合物的流动性的掺合物。

[0048] 适合于制造本发明的变型中的多孔烧结体的粉末与纤维的可流动混合物可通过将金属粉末与金属纤维的混合物倾倒入具有 1/2'' 直径出口的漏斗中来确定。将该漏斗放流,且若混合物容易通过漏斗,则混合物被视为适合于制备本发明的变型中的多孔烧结体的可流动混合物。

[0049] 在本发明的变型中,金属粉末与金属纤维混合物的空气沉降密度在仅纤维的空气沉降密度与仅粉末的空气沉降密度之间的中间范围内。在本发明的一些变型中,可用于制

造压坯的纤维及粉末掺合物的空气沉降密度可在 0.75 公克 / 立方公分至 0.85 公克 / 立方公分的范围内。在一个变型中,密度范围为 0.75 公克 / 立方公分至 0.85 公克 / 立方公分的 40% 不锈钢纤维与 60% 不锈钢粉末的空气沉降混合物可用于制造多孔烧结体。粒子与纤维混合物的空气沉降密度使得材料能够压实成亦具有低密度的生坯形式或压坯。

[0050] 粉末与纤维的组合使得复合材料的强度增加,同时保留高渗透性,粉末可充当在烧结期间纤维连结的节点(如图 3A 及图 3B 中所见)。图 6 为图 3A 中所示的各向同性多孔烧结体(多孔烧结膜)的横截面的另一视图。此图像进一步说明本发明的一变型中的多孔烧结体的结构,其中金属粒子充当将一或多个纤维烧结连结在一起的节点,其中纤维与其它纤维的部分烧结,且其中纤维与粒子在整个多孔烧结体中各向同性地混合。在此各向同性结构中纤维彼此并不平行。

[0051] 本发明的烧结多孔体组合纤维与粉末以产生具有良好渗透性、高效率及高强度的多孔固态材料。通过掺合特定比率的粉末及纤维,形成兼具纤维与粉末的性质的可流动粉末样材料。此可实现使用常见且简单的粉末金属方法(填充模具、压制及烧结),但却能够制造出渗透性高于仅粉末的多孔烧结体材料。粉末的一个优点在于其散逸或「吸附」纤维表面上的许多静电电荷或能量且使得混合物能够「流动」。然而,其为能够实现高渗透性的纤维,因此需要具有可能最大百分比的纤维同时仍维持流动性的掺合物。金属粉末粒子与金属纤维的可流动混合物提供既可制成简单片状、又可制成更复杂的形状(如管状)的多孔烧结体且该等多孔烧结体可用于各种流体(气体、液体、超临界流体)中的粒子过滤。多孔烧结体材料可用作腔室中的气体的扩散器,类似于美国专利第 5,908,662 号(Fu)及美国专利申请公开案第 20090183630 号(Vroman 等人)中所揭示,该等专利的内容以全文引用的方式并入本文中。

[0052] 实施例 1:测定纤维 / 粉末掺合物百分比

[0053] 进行一项实验,其中掺合具有不同质量百分比的纤维与粉末且测定掺合物流动的能力。所用的纤维为 1.5 微米直径 $\times$ 50-100 微米长的不锈钢纤维,其由 Bekaert 公司(1000Cobb Place Blvd, Bldg100, Ste130, Kennesaw GA30155)以品牌「Bekipor 「ST316L」 不锈短纤维 1.5 μ m 直径」制造。所用的粉末由 Ametek Speciality Metal Products (Route519, Eighty Four PA15330)以「10 微米」AMETIP 经加工聚合物过滤器粉末(316L SS)制造。此粉末的平均直径为 17-20 微米,而纤维的平均直径为 1.5 微米。

[0054] 量测各材料的密度。纤维的密度量测由于严重凝块(参见图 1A)而成为问题,从而导致密度范围较宽。出于实验的目的,通过经筛网「筛分(grating)」来粉碎纤维且使其落入已知容积的模具中,此技术被称为「空气沉降」。所量测的密度称为「空气沉降」密度。使用 20 号筛孔尺寸筛网,纤维的空气沉降密度测得为约 0.17g/cc。对于 SS 粉末(其容易流过筛网且不需要「筛分」)使用相同技术,空气沉降密度测得为约 2.9g/cc。SS 粉末具有细砂外观且容易流动(参见图 1B)。

[0055] 通过在研磨装置(类似用于研磨咖啡豆的装置)中掺合一定质量百分比的粉末及纤维来判定流动性。接着将混合物置于容器中且在轻度震荡下混合。接着将其倾倒入具有 1/2' 直径出口的漏斗中。使该漏斗放流且若混合物容易通过漏斗,则判定存在流动性。

[0056] 若在初始掺合及轻度震荡后混合物容易凝块(如图 1A 中所示),则判定不存在流动性。

[0057] 表 1 展示此等测试的结果。判定质量百分比大于 40% 的 Bekipor 「ST316L」 不锈钢纤维产生与 10 微米「AMETIP」经加工聚合物过滤器粉末的掺合物,其不会流动且倾向于凝块。此情况对于此实施例中所测试的两种材料为显而易见的且对于其它材料将会不同。

[0058] 表 1 :流动性测试的结果

[0059]

纤维%	凝块?	流动?
90	是	否
80	是	否
70	是	否
60	略微	否
50	不太多	「极端」放流
40	很好	很好
30	很好	很好
20	很好	很好
10	很好	很好

[0060] 表 2 展示范围为 100 质量 % 纤维至 100 质量 % 粉末的纤维 / 粉末掺合物的空气沉降密度。

[0061] 表 2 :纤维 / 粉末掺合物的空气沉降密度

[0062]

纤维%	密度 (g/cc)
100	0.18
60	0.525
40	0.82
30	0.96
20	1.32
10	1.9
0	3

[0063] 使用空气沉降技术量测 40% 纤维与 60% 粉末掺合物的密度且测得在 0.75g/cc 至 0.85g/cc 的范围内。此密度容易使得材料能够压实成亦具有低密度的生坯形式。此 40% 纤维与 60% 粉末掺合物展示于图 2 的图像中。

[0064] 实施例 2 :多孔烧结片状材料的制造

[0065] 使用实施例 1 中所测定的 40% 纤维掺合物,使用先前所述的空气沉降技术填充直径为 7.37cm 且深度为 0.80cm 的模具。接着在 3000 磅(1bs)下压实该模具以形成 7.37cm

直径、0.33cm 厚度及 20.3g 质量的生坯形式的盘状体。该生坯形式的密度为 1.37 公克 / 立方公分 (g/cc)。在摄氏 1085 度下在氢气中烧结该坯 15 分钟。所得多孔烧结体的直径为 7.00cm, 厚度为 0.28cm 且密度为 1.86g/cc, 且孔径为 10 微米或更小。图 3A 及图 3B 为多孔烧结产物的 SEM。

[0066] 实施例 3: 管状烧结多孔体 (复杂形状多孔物品的一非限制性实例) 的制造

[0067] 使用与实施例 1 中所用相同的掺合物来制造管状组件。纤维 / 粉末掺合物通过倾倒入筛网中, 流过漏斗并流入管状模具中来引入该模具中。在此填充期间筛网 / 漏斗及模具恒定地放流。模具的 OD 为 2.0cm, ID 为 1.40cm, 长度为 17cm 且质量为 38g。使用 20 号筛网且在填充期间将设备放流 1200 次。接着在 5000psi 下将经填充及加盖的模具均衡地压入水中。自模具中移出生坯形式且发现其自撑并黏着。所得生坯形式的 OD 为 1.73cm, ID 为 1.4cm 且长度为 17cm。密度为 2.75g/cc。在 1095 下在氢气中将其烧结 10 分钟。所得多孔烧结体的 OD 为 1.55cm, ID 为 1.23cm 且长度为 15cm。密度为 3.35g/cc 且孔径为 10 微米或更小。

[0068] 由纤维与粉末的掺合物制造的材料最适合于高效气体过滤。由于纤维以及粉末的表面积较大, 粒子效率可能超过 6 对数下降值 (LRV)。另外, 引入粉末可使得材料的强度增加, 从而充当在烧结期间纤维连结的节点 (例如如图 3A 及图 3B 中所见)。

[0069] 实施例 4: 通过起泡点及 SEM 测定孔径

[0070] 使实施例 3 的多孔体充满水且引入空气压力直至多孔体表面上可见气泡。在 10 磅 / 平方寸下气泡开始首先形成, 此指示孔径为约 2 微米。诸如图 3B 中所示的 SEM 展示烧结节点之间的空隙直径小于 10 微米。

[0071] 实施例 5: 由粉末与粉末 / 纤维掺合物制成的烧结管的比较

[0072] 测试实施例 3 的管 (烧结多孔体) 的渗透性、粒子滞留 (LRV) 及强度。渗透性简言之之为对获得特定流速所需的压力的量度。粒子移除效率通过在过滤器之前及在通过过滤器之后量测所产生的含有盐粒子的气溶胶的浓度来测定。图 4 展示该管 (烧结多孔体) 与由仅粉末制成的管相比的渗透性的比较。所有管均为 SS 管。仅粉末制成的管的密度为约 3.4g/cc, 其与纤维 / 粉末管 (烧结多孔体) 相同。图 4 展示纤维 / 粉末管 (烧结多孔体) 的渗透性为 GKN42073 (Entegris WG2M01RR2 [SF mini] 气体过滤器中所用的管) 及 KMC5807P0 D-XL (Entegris 气体过滤器中亦使用的管) 的两倍。另外, 图 5 展示纤维 / 粉末管 (烧结多孔体) 的 LRV 值大于 8, 而单独 GKN42073 略大于 6 且 KMC5807P0 D-XL 略大于 7, 相对于 GKN 增加超过 2 个数量级且相对于 KMC 增加超过 1 个数量级。此项技术有经验者了解, 在损害渗透性的情况下产生粒子滞留, 但本发明却发生了相反的情况。

[0073] 最后, 通过用精细黏土粉阻塞孔隙且用油加压直至管破裂来测试实施例 3 的纤维 / 粉末管 (烧结多孔体) 的强度。纤维 / 粉末管 (烧结多孔体) 在 2200psi 的压力下破裂, 该值极其类似于仅粉末制成的管。

[0074] 本发明使得由金属纤维及金属粉末混合物制成的气体过滤器相对于仅由金属粉末制成的过滤器, 渗透性增加, 粒子滞留增加及强度相等。其亦使得容易形成单独纤维无法简单制成的复杂几何形状。

[0075] 尽管已参考某些具体实例相当详细地描述了本发明, 但可能存在其它变型。因此, 随附申请专利范围的精神及范畴不应限于本说明书中所含的描述及变型。



图 1A

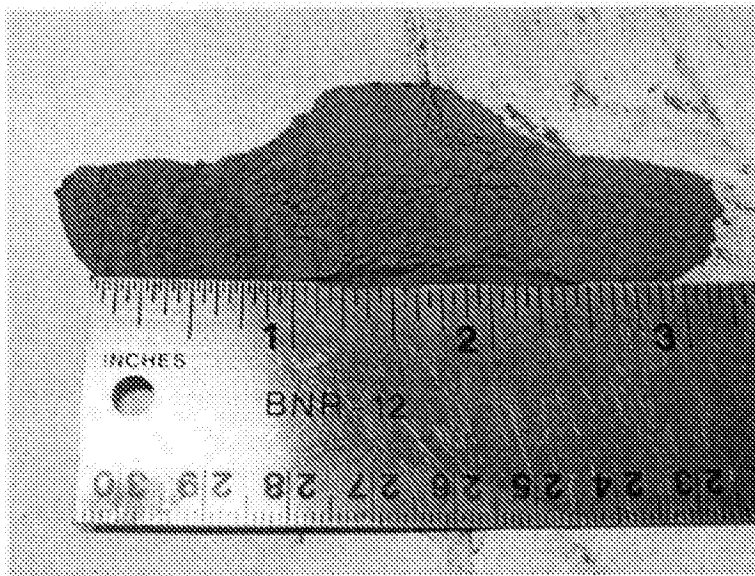


图 1B

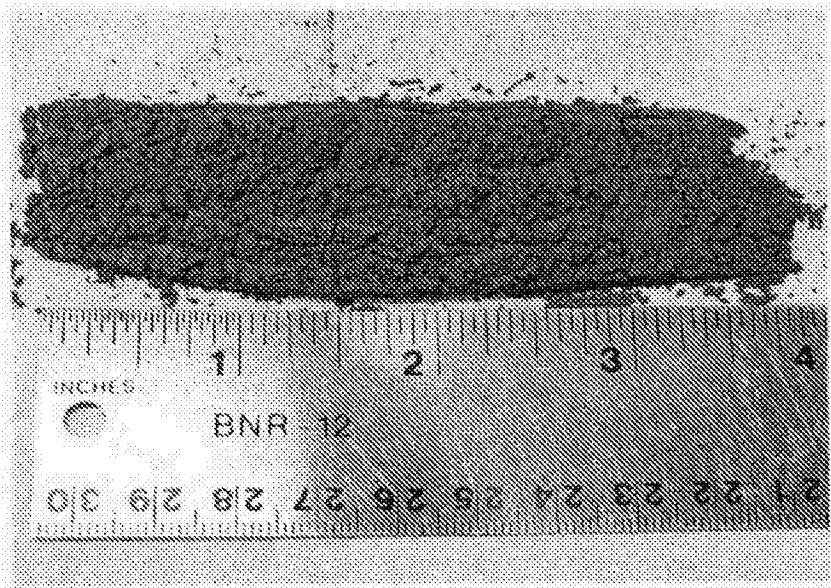


图 2

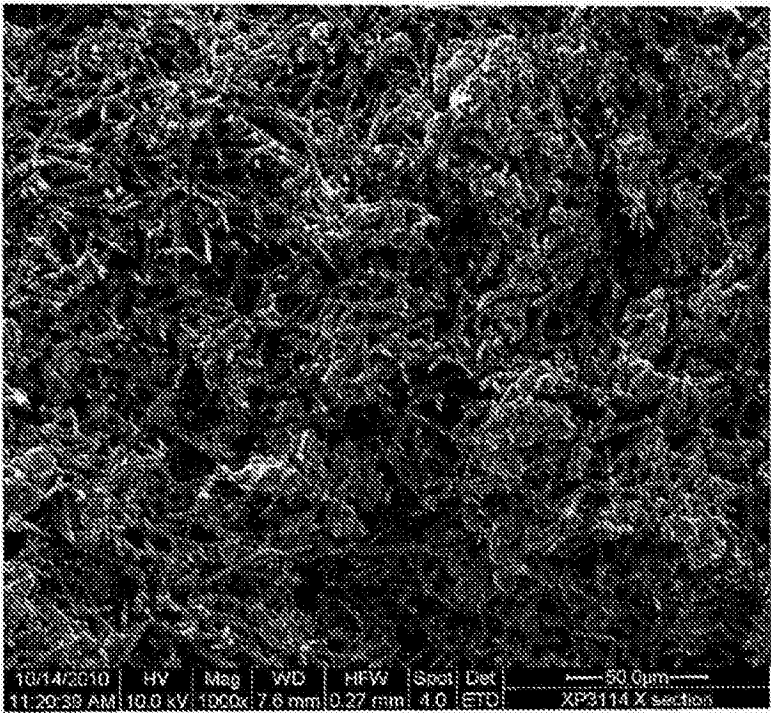


图 3A

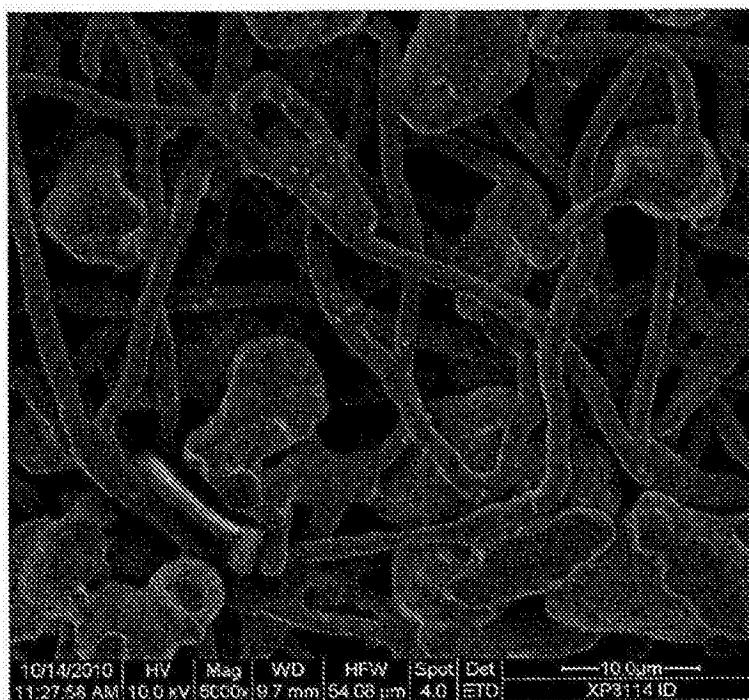


图 3B

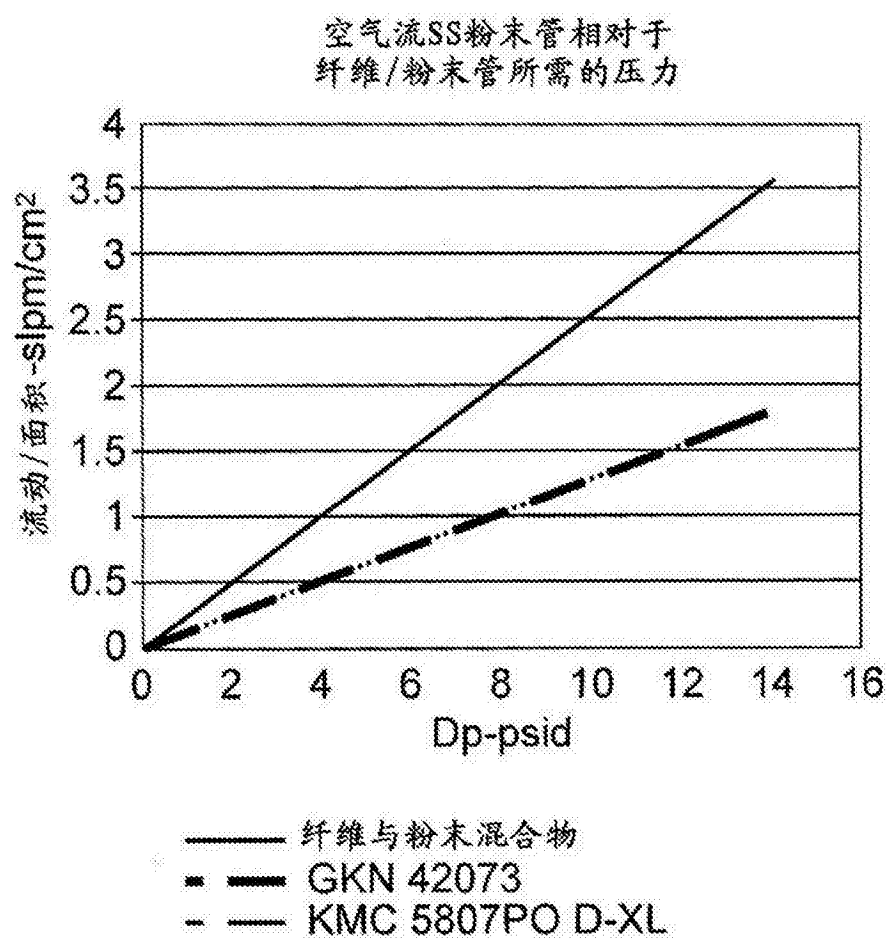


图 4

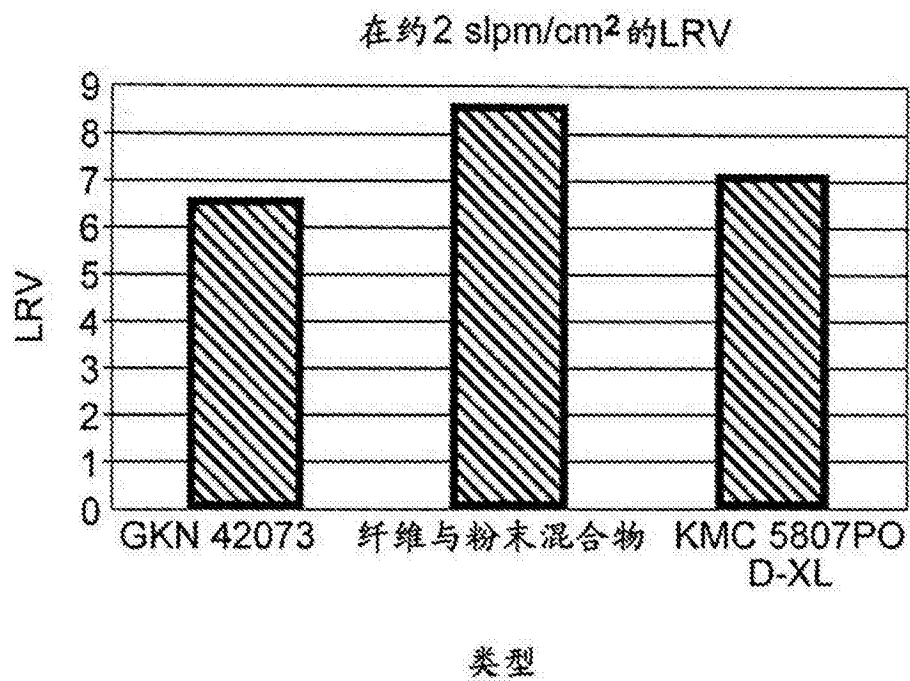


图 5

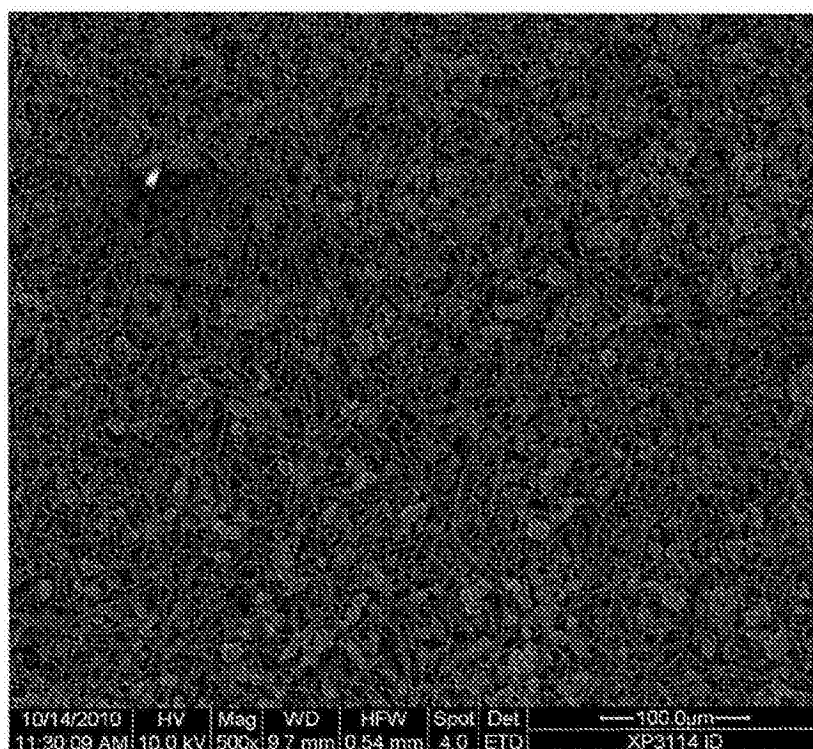


图 6

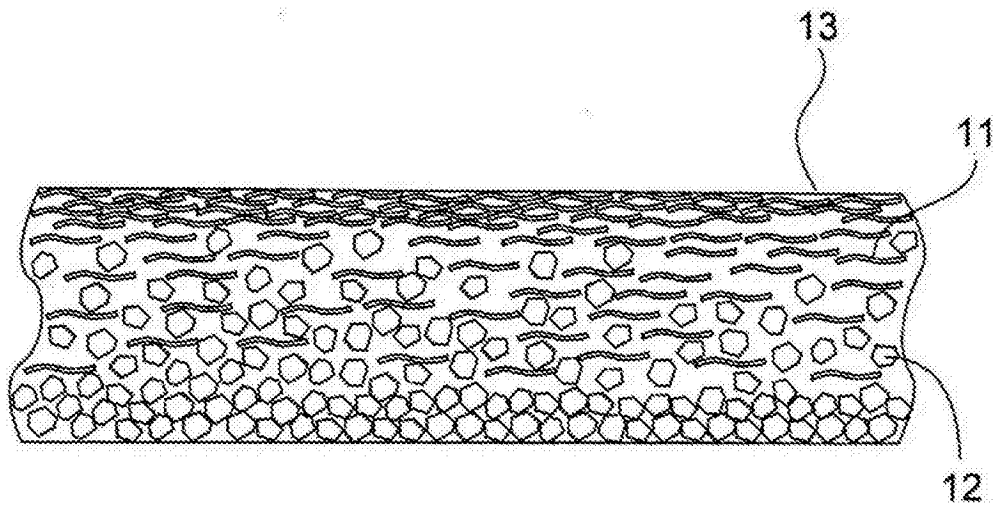


图 7