



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **1 072 968**

⑫ Número de solicitud: U 201000628

⑮ Int. Cl.:
B01D 53/92 (2006.01)

⑫

SOLICITUD DE MODELO DE UTILIDAD

U

⑫ Fecha de presentación: **16.06.2010**

⑮ Prioridad: **26.03.2010 EP 10290160**

⑮ Fecha de publicación de la solicitud: **15.10.2010**

⑮ Solicitante/s: **IMERYS**
154, rue de l'Université
75007 Paris, FR

⑮ Inventor/es: **Salmona, Thierry y**
De Poncins, Carl

⑮ Agente: **Lazcano Gainza, Jesús**

⑮ Título: **Estructuras de nido de abeja cerámicas.**

ES 1 072 968 U

DESCRIPCIÓN

Estructuras de nido de abeja cerámicas.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a estructuras de nido de abeja cerámicas que comprenden un patrón alterno de celdas de entrada y celdas de salida de forma definida, a un procedimiento para la preparación de estas estructuras y a su uso en filtros de partículas de gases de escape, tales como filtros diésel.

10 **Antecedentes de la invención**

Las estructuras de nido de abeja cerámicas se usan comúnmente en la técnica en la fabricación de filtros para medios líquidos y gaseosos, y en particular en la fabricación de filtros para la eliminación de partículas finas a partir de gases de escape; los filtros se colocan en los tubos de escape de motores diésel de vehículos, con el fin de eliminar el componente de hollín de los gases de escape. Estos filtros pueden ser monolitos o nidos de abeja cerámicos segmentados, que comprenden celdas o canales de dimensiones que oscilan comúnmente desde 500 hasta 2000 micras, con una porosidad de pared controlada. Las celdas están obstruidas de manera alterna en el lado de entrada y de salida, de modo que se fuerza el gas de escape a través de la pared cerámica porosa entre los canales y la filtración se produce cuando el gas atraviesa la pared.

Estructuras de nido de abeja adecuadas proporcionan un equilibrio de varias propiedades deseables, tales como eficacia de filtrado suficiente, es decir, el gas de escape que pasa por el filtro debe estar sustancialmente libre de partículas diésel; disminución de presión limitada, es decir, el filtro debe mostrar una capacidad suficiente para dejar que la corriente de gas de escape pase a través de sus paredes; y resistencia química suficiente frente a los compuestos presentes en el gas de escape de motores diésel a lo largo de un amplio intervalo de temperatura.

También resultan deseables un bajo coeficiente de expansión térmica y una alta resistencia al choque térmico, ya que pueden ayudar a que un filtro sobreviva a los varios ciclos de regeneración a los que se somete normalmente durante su vida útil, que suponen un rápido calentamiento hasta temperaturas sustancialmente superiores a la temperatura de funcionamiento normal. De hecho, durante las actividades de filtrado, los canales de entrada de las estructuras de nido de abeja se llenan progresivamente con hollín, reduciendo así las actividades de filtrado de las estructuras. Por tanto el filtro debe regenerarse periódicamente; la limpieza del filtro se realiza calentando el filtro hasta una temperatura suficiente para inflamar las partículas diésel recogidas a altas temperaturas (normalmente superiores a 1000°C), provocando así la combustión del hollín. Si los filtros no tienen suficiente resistencia al choque térmico, las tensiones mecánicas y/o térmicas pueden provocar grietas en el material cerámico, dando como resultado una disminución o pérdida de la eficacia de filtrado y por consiguiente de la vida útil del filtro.

Con el fin de aumentar la vida útil y la eficacia de filtrado de los filtros de nido de abeja, se han realizado diversos intentos en la técnica por desarrollar materiales cerámicos con propiedades mejoradas, tales como minerales de carburo de silicio (SiC), mullita, tialita o sillimanita.

Se han dirigido esfuerzos adicionales a desarrollar diseños asimétricos de las celdas, en los que las celdas de entrada son mayores que las celdas de salida; en la técnica se han investigado dos maneras principales de crear asimetría. La primera solución comprende el uso de paredes curvadas de los canales, tal como se describe por ejemplo en la figura 6 del documento EP-A-1 676 622; en estos diseños, las celdas, que normalmente tienen secciones transversales cuadradas o rectangulares, pueden estar parcialmente deformadas para crear la asimetría. Tal como se muestra también en la figura 1, todos los lados de las celdas de entrada sobresalen hacia fuera (los canales de entrada están “inflados”) mientras que los lados correspondientes de las celdas de salida sobresalen hacia dentro para dar un área de sección transversal reducida; el resultado es una ondulación de las paredes y un patrón que sobresale teniendo las celdas de entrada un área ligeramente superior a la de las celdas de salida. No obstante, este diseño requiere el uso de boquillas complejas y costosas en la fabricación del filtro; además, las muchas tensiones acumuladas en la estructura pueden conducir a problemas con el rendimiento de la cerámica. Un inconveniente adicional de esta solución es que los canales de entrada adyacentes están muy cerca unos de otros, reduciendo así la eficacia de filtración. Por tanto, estos diseños han demostrado tener inconvenientes cuando se usan para filtros de nido de abeja, en particular para filtros de monolito.

Una segunda manera de crear asimetría conocida en la técnica supone el uso de canales de entrada que tienen una sección transversal superior a la sección transversal de los canales de salida, tal como se muestra en la figura 2. Por ejemplo, el documento WO 03/020407 describe una estructura de nido de abeja en la que los canales de celdas tienen una sección transversal cuadrada, desigual. Este diseño tiene la desventaja de que la distancia que separa dos cuadrados de entrada adyacentes se vuelve más pequeña, creando así zonas de fragilidad para la estructura que pueden originar fracturas. Este inconveniente puede compensarse parcialmente creando chaflanes en el cuadrado, creando así celdas octagonales; no obstante, la superficie del chaflán conduce a una disminución de la eficacia de filtrado, ya que una parte significativa de las paredes de la celda de entrada está más cerca de una celda de entrada adyacente que de la celda de salida más próxima, lo que necesita una trayectoria de flujo más larga a través de la pared.

Por tanto, existe una necesidad en la técnica de una nueva estructura de nido de abeja cerámica que tenga un diseño asimétrico, que pueda proporcionar filtros de nido de abeja con una vida útil y una eficacia de filtrado aumentadas, al mismo tiempo que se evitan los problemas de los diseños asimétricos conocidos en la técnica.

5 Sumario de la invención

El solicitante ha encontrado inesperadamente que los problemas anteriores se solucionan mediante estructuras de nido de abeja cerámicas que tienen un patrón definido de celdas de entrada y de salida alternas, con formas de sección transversal definidas. Las estructuras de nido de abeja cerámicas de la invención tienen una cara de entrada y una cara de salida, que comprenden una pluralidad de celdas de entrada y una pluralidad de celdas de salida que se extienden a través de la estructura desde la cara de entrada hasta la cara de salida, estando las celdas de entrada abiertas en la cara de entrada y cerradas donde están adyacentes a la cara de salida, y estando las celdas de salida abiertas en la cara de salida y cerradas donde están adyacentes a la cara de entrada.

Según un primer aspecto, la presente invención se refiere a una estructura de nido de abeja cerámica en la que:

las celdas de entrada y de salida tienen una sección transversal rómbica y están dispuestas en un patrón alterno, y

las celdas de salida tienen un área de sección transversal generalmente inferior a la de las celdas de entrada y tienen un ángulo interior agudo.

Las celdas de salida pueden tener una sección transversal en forma de diamante, mientras que las celdas de entrada pueden tener una sección transversal en forma de diamante o de cuadrado. En la estructura de nido de abeja cerámica de esta realización, preferiblemente ningún punto de una celda de entrada dada está más cerca de una celda de entrada adyacente que de una celda de salida adyacente.

Según un segundo aspecto, la presente invención se refiere a una estructura de nido de abeja cerámica en la que:

las celdas de entrada y de salida están dispuestas en una disposición en tablero de ajedrez,

las celdas de entrada tienen una sección transversal cuadrangular; y

las celdas de entrada adyacentes a lo largo de una diagonal dada de la disposición en tablero de ajedrez están giradas unas con respecto a otras.

Las celdas de entrada adyacentes a lo largo de una diagonal dada de la disposición en tablero de ajedrez están desplazadas angularmente unas con respecto a otras un ángulo superior a 1 grado.

Las celdas de salida pueden tener un área de sección transversal generalmente inferior a la de las celdas de entrada. Las celdas de entrada pueden tener una sección transversal en forma de diamante o de cuadrado, y preferiblemente tienen un ángulo interior agudo. En la estructura de nido de abeja cerámica de esta realización, preferiblemente ningún punto de una celda de entrada dada está más cerca de una celda de entrada adyacente que de una celda de salida adyacente.

Según un tercer aspecto, la presente invención se refiere a una estructura de nido de abeja cerámica en la que:

las celdas de entrada y de salida tienen una sección transversal cuadrangular y están dispuestas en un patrón alterno, y

ningún punto de una celda de entrada dada está más cerca de una celda de entrada adyacente que de una celda de salida adyacente.

En las estructuras de nido de abeja cerámicas de la invención, las celdas de entrada y/o de salida pueden tener formas de sección transversal, tales como rómbicas o cuadrangulares, en las que una o más esquinas están achaflanadas o redondeadas.

La configuración geométrica específica de las celdas en las estructuras de nido de abeja de la invención conduce a una razón de salida con respecto a entrada mejorada, una densidad de celdas aumentada, una mayor superficie de filtración y una eficacia de filtración mejorada; además, cuando ningún punto de una celda de entrada dada está más cerca de una celda de entrada adyacente que de una celda de salida adyacente, las estructuras de nido de abeja muestran una reducción de los fallos estructurales debidos a choque térmico.

La estructura de nido de abeja cerámica de la presente invención puede ser preparada mediante un procedimiento que comprenda las etapas de:

(a) proporcionar una estructura de nido de abeja fresca que tiene un patrón de celdas de entrada y celdas de salida según se define en cualquiera de los aspectos anteriores de la invención;

(b) opcionalmente secar la estructura de nido de abeja fresca, y

(c) sintetizar la estructura de nido de abeja fresca.

5 La etapa (a) podrá comprender proporcionar una mezcla cerámica extruible y extruir la mezcla para formar la estructura de nido de abeja fresca.

10 Las estructuras de nido de abeja cerámicas tal como se describieron en cualquiera de los aspectos anteriores de la invención podrán ser usadas en la preparación de filtros de partículas diésel, comprendiendo una o más estructuras cerámicas de nido de abeja de la invención.

Breve descripción de las figuras

15 Las figuras 1 y 2 muestran vistas en planta esquemáticas ampliadas de diseños asimétricos de canales de entrada y de salida que no son según la presente invención.

Las figuras 3-6 son vistas en planta esquemáticas ampliadas de los diseños asimétricos de canales de entrada y de salida en las estructuras de nido de abeja cerámicas de la invención.

20 Descripción detallada de la invención

Según un primer aspecto, la presente invención se refiere a una estructura de nido de abeja cerámica en la que tanto las celdas de entrada (1) como de salida (en un área de sección transversal generalmente inferior a la de las celdas de entrada (1) y tienen un ángulo interior (α) agudo.

25 Las celdas de salida (2) tienen preferiblemente una sección transversal en forma de diamante con un ángulo interior agudo (α); las celdas de entrada (1) pueden tener una sección transversal en forma de diamante o de cuadrado, y preferiblemente tienen un ángulo interior agudo (β). En la estructura de nido de abeja cerámica de esta realización, preferiblemente ningún punto de una celda de entrada dada está más cerca de una celda de entrada (1) adyacente que de una celda de salida (2) adyacente.

35 Según un segundo aspecto de la presente invención, las celdas de salida (2) y de entrada (1) están dispuestas en una disposición en tablero de ajedrez; las celdas de entrada (1) tienen una sección transversal cuadrangular y las celdas de entrada adyacentes a lo largo de una diagonal (3) dada de la disposición en tablero de ajedrez están giradas unas con respecto a otras un ángulo superior a 1 grado. Las celdas de entrada adyacentes a lo largo de una diagonal (3) dada de la disposición en tablero de ajedrez están desplazadas angularmente un ángulo superior a 1 grado; el “desplazamiento angular” significa la desviación con respecto a la perpendicular de las diagonales de las celdas de entrada (1) adyacentes. Las celdas de entrada (1) pueden tener una sección transversal en forma de diamante o de cuadrado, y preferiblemente tienen un ángulo interior agudo (β). Cuando las celdas de entrada (1) tienen una sección transversal en forma de diamante, el “desplazamiento angular” significa la desviación con respecto a la perpendicular de las dos diagonales mayores de las celdas de entrada adyacentes. Por diagonal mayor de una celda se quiere decir la más larga de las dos diagonales de la celda. Preferiblemente, las diagonales mayores de celdas de entrada (1) adyacentes a lo largo de una diagonal dada de la disposición en tablero de ajedrez están desplazadas angularmente de 1 a 30 grados, o de 3 a 20 grados.

45 Las celdas de salida (2) pueden tener un área de sección transversal generalmente inferior que las celdas de entrada. Las celdas de salida pueden ser cuadradas, rectangulares, octogonales, poligonales o de cualquier otra forma o combinación de formas que sea adecuada para la disposición en un patrón de repetición; las celdas de salida (2) tienen preferiblemente una sección transversal cuadrangular. Las celdas de salida (2) pueden tener un ángulo interior agudo (α), preferiblemente inferior a (β); las celdas de entrada adyacentes a lo largo de una diagonal (3) dada de la disposición en tablero de ajedrez pueden estar desplazadas angularmente un ángulo igual a $90-(\alpha)$. En la estructura de nido de abeja cerámica de esta realización, preferiblemente ningún punto de una celda de entrada (1) dada está más cerca de una celda de entrada (1) adyacente que de una celda de salida (2) adyacente.

55 Según un tercer aspecto de la presente invención, las celdas de entrada (1) y de salida (2) tienen una sección transversal cuadrangular y están dispuestas en un patrón alterno y ningún punto de una celda de entrada (1) dada está más cerca de una celda de entrada (1) adyacente que de una celda de salida (2) adyacente.

60 En las estructuras de nido de abeja cerámicas según cualquiera de los aspectos de la invención tal como se describieron anteriormente, las formas de sección transversal de las celdas de entrada (1) y/o de salida (2) pueden tener una o más esquinas (4) achaflanadas o redondeadas.

65 La forma de sección transversal de las celdas para obtener las configuraciones según cualquiera de los aspectos de la invención descritos anteriormente no está especialmente limitada; los ejemplos de formas de sección transversal de celdas incluyen rombo y rectángulo. Por “rombo” se quiere decir un cuadrilátero con todos los lados iguales, como un cuadrado o un diamante.

Las celdas de entrada (1) y de salida (2) tienen preferiblemente una sección transversal en forma de diamante, teniendo las celdas de salida (2) un ángulo agudo (α) y las celdas de entrada (1) un ángulo agudo (β), separadas por paredes (5) rectas. Los diamantes están organizados preferiblemente de modo que cuatro diamantes 1 delimitan entre ellos a un diamante 2 y viceversa. Los diamantes 1 son preferiblemente de tamaño superior al de los 2. Las celdas de salida (2) pueden tener un ángulo interior agudo (α) que oscila desde 50 hasta 85 grados, preferiblemente desde 60 hasta 85 grados.

En las estructuras de nido de abeja cerámicas según cualquiera de los aspectos anteriores de la invención, la superficie de filtración por volumen de filtro, expresada en mm^2/mm^3 , puede estar comprendida entre 0,8 y 1.

La razón de abertura, definida como la superficie de sección transversal de canales de entrada con respecto a la superficie total de sección transversal del filtro, puede ser superior al 35%; la razón de abertura es preferiblemente inferior al 45%. Esta razón se mide normalmente dividiendo la superficie de los canales de entrada en una celda elemental del filtro (que se reproduce tantas veces como sea necesario para representar la superficie global del filtro) entre la superficie de tal celda elemental, multiplicado por 100.

Las estructuras de nido de abeja cerámicas según cualquiera de los aspectos anteriores de la invención tienen un coeficiente de expansión térmica que puede estar comprendido entre 0 y $9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, o entre $4,5 \cdot 10^{-6}$ y $7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, medido mediante dilatometría según la norma DIN 51045.

Las figuras 3 y 4 muestran variaciones en la disposición de las celdas de entrada y de salida según la invención, aunque pueden usarse muchas otras configuraciones. La descripción del patrón de celdas se facilita tal como se vería en un plano que se extiende normal al eje longitudinal de la estructura de nido de abeja. Las celdas de entrada están sombreadas para indicar que están bloqueadas en sus extremos de salida, mientras que los conductos de salida están en blanco para indicar que están abiertos en sus extremos de salida. La estructura de nido de abeja puede ser un cuerpo cilíndrico que tiene una pared de unión exterior circular; la pared de unión exterior puede tomar cualquier configuración geométrica o curvilínea deseada, tal como elíptica, ovalada, rectangular, triangular o similar.

La figura 3 muestra una vista en sección transversal esquemática de una parte de una estructura de nido de abeja en la que las celdas de entrada (1) y de salida (2) tienen forma rómbica. Las celdas de entrada (1) tienen un ángulo interior agudo (β) de 84 grados, mientras que las celdas de salida (2) tienen un ángulo interior agudo (α) de 69 grados; por tanto, (β) es superior a (α).

En la realización de la figura 4, tanto las celdas de entrada (1) como de salida (2) tienen secciones transversales rómbicas con esquinas (4) redondeadas, y están dispuestas en un patrón en tablero de ajedrez, según se ve en sección transversal. Las celdas de entrada (1) tienen un ángulo interior agudo (β) de 83 grados, mientras que las celdas de salida (2) tienen un ángulo interior agudo (α) de 70 grados; por tanto, (β) es superior a (α). Las celdas de entrada (1) y de salida (2) están dispuestas en filas verticales y horizontales, alternándose las celdas de entrada (1) con las celdas de salida (2) en un patrón en tablero de ajedrez. Cada parte de pared interior (4) de la estructura de nido de abeja se encuentra entre una celda de entrada (1) y una celda de salida (2) en todos los puntos de su superficie excepto donde se acopla con otra pared, como hace en las esquinas de una celda; por tanto, excepto para el acoplamiento de esquinas, las celdas de entrada (1) están separadas unas de otras por celdas de salida (2) intermedias y viceversa. Las diagonales mayores de celdas de entrada adyacentes dispuestas a lo largo de una diagonal dada de la disposición en tablero de ajedrez están desplazadas angularmente un ángulo de 20 grados, es decir, $90-(\alpha)$. Tal como se indicó anteriormente, "desplazamiento angular" significa la desviación con respecto a la perpendicular de las diagonales de las celdas de entrada adyacentes.

La nueva configuración de celdas de las estructuras de nido de abeja cerámicas de la invención proporcionan más grados de libertad y una mejor posibilidad para adaptar el filtro a los requisitos impuestos por el propósito de filtrado, y en particular el espesor de las paredes de celda, el ángulo interior agudo (α) de las celdas de salida, el ángulo interior agudo (β) de las celdas de entrada y la distancia entre las celdas de entrada adyacentes. La nueva configuración de celdas también ofrece las ventajas de una densidad de celdas aumentada (medida como el número de celdas por centímetro cuadrado, o como el número de celdas por pulgada cuadrada, cpsi) para una área de sección transversal de entrada de celda dada, y una razón de abertura aumentada. En particular, cuanto menores son los ángulos (α) y (β), mayor es la densidad de celdas para una longitud dada del lado de los diamantes. Cuanto mayor es la razón de (β) con respecto a (α), mayor es la razón de salida con respecto a entrada de la estructura de nido de abeja.

Además, la solución de la invención evita el uso de chaffanes, evitando así cualquier pérdida de área de filtración. Toda la superficie de pared está disponible para la filtración, ya que ningún punto de un canal de entrada dado está más cerca de otro canal de entrada que del punto más próximo del canal de salida adyacente. El flujo se canaliza en una forma trapezoidal desde los canales de entrada hasta los canales de salida.

Además, las estructuras de nido de abeja cerámicas de la invención pueden tener un espesor de pared muy homogéneo. Los parámetros de la configuración de celda pueden ajustarse fácilmente de modo que el espesor de pared es constante en todo el diseño. Esto permite obtener una estructura sin puntos de acumulación de pared específica (espesor aumentado), que podrían generar discontinuidades en el flujo de escape y la consiguiente acumulación de hollín, así como puntos calientes específicos durante la fase de regeneración.

En las estructuras de nido de abeja de la invención, las celdas de entrada y de salida unas junto a otras en una dirección longitudinal pueden estar separadas por paredes porosas y obstruirse de una manera alterna tal como se indicó anteriormente. Las paredes interiores de la estructura de nido de abeja pueden ser porosas, de modo que se permite el paso de gases de escape a través de las paredes desde las celdas de entrada hasta las de salida. La porosidad de las paredes se dimensiona de manera apropiada para eliminar mediante filtración una parte sustancial de las partículas presentes en gases de escape.

La estructura de nido de abeja cerámica de la invención puede tener una porosidad total en el intervalo de entre el 20 y el 80%, o de entre el 35 y el 70%, medido mediante porosimetría de mercurio (los porcentajes en volumen se calculan basándose en el volumen total de fases de mineral y espacio de poro). La porosidad se determina mediante difusión de mercurio según se mide usando un instrumento Thermo Scientific Mercury Porosimeter-Pascal 140, con un ángulo de contacto de 130 grados. El diámetro de poro d_{50} , medido mediante porosimetría de mercurio, puede estar en el intervalo de 1 a 60 micras, o de 5 a 50 micras, o de 8 a 30 micras. Dependiendo del uso previsto de los nidos de abeja cerámicos, en particular con respecto a la cuestión de si la estructura de nido de abeja cerámica está impregnada adicionalmente, por ejemplo con un catalizador, los valores anteriores pueden cambiar. Para estructuras de nido de abeja cerámicas no impregnadas, el diámetro de poro está habitualmente en el intervalo de entre 10 y 20 micras, mientras que para estructuras impregnadas, el intervalo es habitualmente de entre 20 y 25 micras antes de la impregnación. El material de catalizador depositado en el espacio de poro dará como resultado una reducción del diámetro de poro original.

La densidad de celdas promedio del filtro de nido de abeja de la presente invención no está limitada. La estructura de nido de abeja cerámica puede tener una densidad de celdas de entre 6 y 2000 celdas/pulgada cuadrada (de 0,9 a 311 celdas/cm²), o de entre 50 y 1000 celdas/pulgada cuadrada (de 7,8 a 155 celdas/cm²), o de entre 100 y 400 celdas/pulgada cuadrada (de 15,5 a 62,0 celdas/cm²). La densidad de celdas se define como la razón entre la superficie de la entrada o de la salida del filtro, una vez sinterizado, dividida entre la superficie de dos canales de entrada y de salida y las paredes asociadas, multiplicándose a su vez esta razón por 4. Las paredes asociadas son las paredes adyacentes a las celdas, elegidas de modo que el dibujo elemental realizado de las celdas de entrada y de salida y las paredes asociadas puede reproducirse tantas veces como sea necesario mediante traslación para formar la disposición en tablero de ajedrez.

El espesor de la pared de división que separa celdas adyacentes en la presente invención no está limitado. El espesor de la pared de división puede oscilar desde 100 hasta 500 micras, o desde 200 hasta 450 micras.

Además, la pared periférica exterior de la estructura tiene preferiblemente más espesor que las paredes de división, y ese espesor puede estar en un intervalo de 100 a 700 micras, o de 200 a 400 micras. La pared periférica exterior puede no ser sólo una pared formada de manera solidaria con la pared de división en el momento de la formación sino también una pared revestida con cemento formada mediante rectificado de una periferia exterior para dar una forma predeterminada.

Las celdas pueden tener una rugosidad de superficie R_a comprendida entre 1 y 100 micras, o de 10-50 micras, medida según la norma JIS B 06001 (1994).

En la presente invención, el material que constituye la estructura de nido de abeja no está limitado; la estructura de nido de abeja de la invención puede formarse de cualquier material cerámico adecuado. Los materiales cerámicos adecuados comprenden carburo de silicio (SiC), nitruro de silicio, mullita, cordierita, circonia, titanita, silice, magnesia, alúmina, espinela, tialita, cianita, sillimanita, andalucita, silicato de litio y aluminio y titanato de aluminio y mezclas de los mismos. El material cerámico puede contener metales, tales como metales a base de Fe-Cr-Al, silicio metálico y similares.

Según una realización preferida, el material cerámico comprende una alta cantidad de una fase de mullita en combinación con una cantidad menor de tialita (es decir, la fase de mullita es la fase dominante), según se describe en el documento WO 2009/076985, cuyo contenido se incorpora al presente documento como referencia; este material cerámico proporciona un aumento de la resistencia mecánica y alta resistencia al choque térmico.

Las estructuras de nido de abeja cerámicas pueden comprender una fase de mineral de mullita y una fase de mineral de tialita, en las que la razón en volumen de mullita con respecto a tialita es $\geq 2:1$, o $\geq 4:1$, o $\geq 10:1$. La fase de tialita puede estar encerrada por la fase de mullita, y puede estar en forma de cristales sustancialmente paralelos. La cantidad de mullita en la estructura de nido de abeja cerámica puede ser superior al 50%, o superior al 75%, incluso del o superior al 80%, en volumen (calculado basándose en el volumen total de las fases de mineral del nido de abeja).

Las estructuras de nido de abeja cerámicas pueden comprender una fase de mineral que consiste en andalucita; la fase de andalucita puede estar presente en una cantidad de desde el 0,5% hasta menos del 50%, o del 5% al 30%, o del 0,5% al 15% en volumen (basándose en el volumen de las fases sólidas de la estructura de nido de abeja cerámica). Una estructura de nido de abeja cerámica que contiene andalucita adecuada comprende:

- del 0,5 al 15,0%, o del 5,0 al 8,0% de andalucita;
- del 60,0 al 90,0%, o del 75,0 al 90,0% de mullita;

- del 2,5 al 20,0%, o del 4,0 al 7,0% de tialita;
- del 0 al 2,0% de rutilo y/o anatasa; y
- del 3,0 al 20,0% de una fase de sílice amorfa;

en la que la cantidad total de los componentes anteriores es del 100% en volumen (basándose en el volumen de los compuestos sólidos).

El material de la parte sellante formada sellando las celdas no está limitado, aunque el material contiene preferiblemente una o más cerámicas y/o metales seleccionados de las cerámicas y los metales descritos anteriormente como preferibles para la pared de división de la estructura de nido de abeja.

El método para producir las estructuras de nido de abeja cerámicas anteriores según la invención comprende las etapas de:

- (a) proporcionar una estructura de nido de abeja fresca que tiene un patrón alterno de celdas de entrada y celdas de salida tal como se definió anteriormente;
- (b) opcionalmente secar la estructura de nido de abeja fresca, y
- (c) sinterizar la estructura de nido de abeja fresca.

La etapa (a) puede comprender proporcionar una mezcla cerámica extruible y extruir la mezcla para formar la estructura de nido de abeja fresca.

La mezcla extruible o la estructura de nido de abeja fresca puede comprender uno o más agentes aglutinantes; la función del agente aglutinante es proporcionar una estabilidad mecánica suficiente de la estructura de nido de abeja fresca en las etapas del procedimiento antes de la etapa de calentamiento o sinterización. Pueden seleccionarse agentes aglutinantes adecuados del grupo que consiste en metilcelulosa, hidroximetilpropilcelulosa, polivinilbutirales, acrilatos emulsionados, poli (alcoholes vinílicos), polivinilpirrolidonas, compuestos poliacrílicos, almidón, aglutinantes de silicio, poliacrilatos, silicatos, polietilenimina, lignosulfonatos, alginatos y mezclas de los mismos. Los agentes aglutinantes pueden estar presentes en una cantidad total de entre el 1,5% y el 15% en peso, o entre el 2% y el 9% en peso (basándose en el peso seco de la mezcla extruible o la estructura de nido de abeja fresca).

La mezcla extruible o la estructura de nido de abeja fresca puede comprender uno o más aglutinantes minerales; un aglutinante mineral adecuado puede seleccionarse del grupo que incluye, pero no se limita a, bentonita, fosfato de aluminio, bohemita, silicatos de sodio, silicatos de boro y mezclas de los mismos.

La mezcla extruible o la estructura de nido de abeja fresca puede comprender uno o más adyuvantes, que proporcionan al material de partida propiedades ventajosas para la etapa de extrusión (plastificantes, deslizantes, lubricantes y similares). Adyuvantes adecuados pueden seleccionarse de los grupos que consisten en polietilenglicoles (PEG), glicerol, etilenglicol, ftalatos de octilo, estearatos de amonio, emulsiones de cera, ácido oleico, aceite de pescado de Manhattan, ácido esteárico, cera, ácido palmítico, ácido linoléico, ácido mirístico, ácido láurico y mezclas de los mismos. Los adyuvantes pueden estar presentes en una cantidad total de entre el 1,5% y el 15% en peso, o entre el 2% y el 9% en peso (basándose en el peso seco de la mezcla extruible o la estructura de nido de abeja fresca; si se usan adyuvantes líquidos, el peso se incluye en el peso seco de la mezcla extruible o la estructura de nido de abeja fresca). El "peso en seco" de la mezcla extruible o de la estructura de nido de abeja fresca se refiere al peso total de cualquier compuesto tratado en el presente documento para que sea adecuado para usarlo en la mezcla extruible, es decir, el peso total de las fases de minerales y de los aglutinantes/adyuvantes. Se entiende por tanto que el "peso seco" incluye adyuvantes tales que son líquidos en condiciones ambiente, pero no incluye agua en disoluciones acuosas de minerales, aglutinantes o adyuvantes si éstos se usan para preparar la mezcla.

La preparación de una mezcla extruible a partir de los compuestos minerales (opcionalmente en combinación con aglutinantes y/o adyuvantes) se realiza según métodos y técnicas conocidos en la técnica. Los materiales de partida pueden mezclarse en una máquina de amasado convencional con la adición de una cantidad suficiente de una fase líquida adecuada según se necesite (normalmente agua), para obtener una pasta adecuada para la extrusión. Adicionalmente, puede usarse equipo de extrusión convencional (tal como, por ejemplo, una prensa extrusora de husillo) y boquillas para la extrusión de estructuras de nido de abeja conocidas en la técnica. Se facilita un resumen sobre la tecnología en el libro de texto de W. Kollenberg (ed.), Technische Keramik, Vulkan-Verlag, Essen, Alemania, 2004, que se incorpora al presente documento como referencia.

El diámetro y la disposición de las estructuras de nido de abeja frescas pueden determinarse seleccionando boquillas de prensa extrusora de la forma y el tamaño deseados. La estructura de nido de abeja puede prepararse usando boquillas de extrusión que tienen vástagos dispuestos en una simetría cuadrangular. Las esquinas de los vástagos pueden estar redondeadas o no.

Tras la extrusión, la masa extruida se corta en trozos de longitud adecuada para obtener estructuras de nido de abeja frescas de formato deseado. El experto en la técnica conoce medios de corte adecuados para esta etapa (tales como cortaalambres).

En la etapa opcional (b) del método de la invención, la estructura de nido de abeja fresca extruida puede secarse según métodos conocidos en la técnica (por ejemplo, secado por microondas, secado por aire caliente) antes de la sinterización. Alternativamente, la etapa de secado puede realizarse exponiendo la estructura de nido de abeja fresca a una atmósfera con humedad controlada, a temperaturas predefinidas en el intervalo de entre 20°C y 90°C a lo largo de un periodo de tiempo prolongado en una cámara climática, en la que la humedad del aire circundante se reduce etapa por etapa, mientras que la temperatura se aumenta correspondientemente. Por ejemplo, un programa de secado para las estructuras de nido de abeja frescas de la presente invención es tal como sigue:

- mantener una humedad relativa del aire del 70% a temperatura ambiente durante 48 horas;
- mantener una humedad relativa del aire del 60% a 50°C durante 3 horas;
- mantener una humedad relativa del aire del 50% a 75°C durante 3 horas; y
- mantener una humedad relativa del aire del 50% a 85°C durante 12 horas.

Entonces puede calentarse la estructura de nido de abeja fresca secada en un horno o estufa convencional para la preparación de materiales cerámicos. Generalmente, cualquier horno o estufa que es adecuado para someter objetos calentados a una temperatura predefinida es adecuado para el procedimiento de la invención.

Cuando la estructura de nido de abeja fresca comprende compuesto aglutinante orgánico y/o adyuvantes orgánicos, habitualmente se calienta la estructura hasta una temperatura en el intervalo de entre 200°C y 300°C antes de calentar la estructura hasta la temperatura de sinterización final, y se mantiene esa temperatura durante un periodo de tiempo que es suficiente para eliminar los compuestos adyuvantes y aglutinantes orgánicos mediante combustión (por ejemplo, entre una y tres horas).

La etapa de sinterización (c) puede llevarse a cabo a una temperatura de entre 1250°C y 1700°C, o entre 1350°C y 1600°C, o entre 1400°C y 1580°C, o entre 1400°C y 1500°C. Según una realización, el método comprende la etapa de calentar la estructura de nido de abeja fresca hasta una temperatura en el intervalo de entre 650°C y 950°C, o entre 700°C y 900°C, o entre 800°C y 850°C antes de la etapa de sinterización.

Para su uso como filtros de partículas diésel, las estructuras de nido de abeja cerámicas de la presente invención, o las estructuras de nido de abeja cerámicas frescas, pueden procesarse adicionalmente mediante obstrucción, es decir, cerrando ciertas estructuras abiertas del nido de abeja en posiciones predefinidas con masa cerámica adicional. Los procedimientos de obstrucción incluyen por tanto la preparación de una masa de obstrucción adecuada, aplicando la masa de obstrucción a las posiciones deseadas de la estructura de nido de abeja cerámica o fresca, y sometiendo la estructura de nido de abeja obstruida a una etapa de sinterización adicional, o sinterizando la estructura de nido de abeja fresca obstruida en una etapa, en la que la masa de obstrucción se transforma en una masa de obstrucción cerámica que tiene propiedades adecuadas para su uso en filtros de partículas diésel. No se requiere que la masa de obstrucción cerámica tenga la misma composición que la masa cerámica del cuerpo de nido de abeja. Generalmente, pueden aplicarse métodos y materiales para la obstrucción conocidos por el experto en la técnica para la obstrucción de los nidos de abeja de la presente invención.

Entonces puede fijarse la estructura de nido de abeja cerámica obstruida en una caja adecuada para montar la estructura en el tubo de gas de escape de un motor diésel.

Otro objeto de la presente invención es un filtro de partículas que comprende una o más estructuras de nido de abeja cerámicas tal como se indicó anteriormente; el filtro puede ser por ejemplo un filtro de partículas diésel o un filtro para la reducción catalítica selectiva para la eliminación de NOx de los gases de escape.

El filtro de partículas puede formarse mediante una estructura de nido de abeja cerámica de la invención, en forma de un monolito, o puede estar constituido por una pluralidad de estructuras integradas. En el segundo caso, en el que el filtro de nido de abeja se segmenta y después se integra, el tamaño o la forma de cada estructura no están limitados; el área de sección transversal de cada estructura puede oscilar entre 900 y 10000 mm², o entre 900 y 5000 mm², o entre 900 y 3600 mm². Como forma preferible para la estructura, por ejemplo, la forma de la sección transversal es cuadrangular. La forma de la sección transversal completa del filtro de partículas no está especialmente limitada, y puede tener forma circular, elíptica, cuadrangular y poligonal. Para formar el filtro de partículas en una constitución en la que se integra una pluralidad de estructuras, tras obtener las estructuras tal como se indicó anteriormente, las estructuras pueden unirse usando, por ejemplo, cemento cerámico, y secarse/endurecerse para obtener el filtro.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos, que no se pretende que limiten el alcance de la presente invención, ilustran las ventajas obtenidas con la geometría de celdas de las estructuras de nido de abeja de la invención con respecto a las de la técnica anterior.

Ejemplo 1

Se evaluaron estructuras de nido de abeja según la invención, que tenían una configuración según los parámetros notificados en la tabla 1; el significado de los parámetros α , β , a, e, f es evidente a partir de la figura 5. El lado del diamante de entrada puede calcularse como (a-2f), mientras que el lado del diamante de salida puede calcularse como (a-2e).

TABLA 1

α [grad]	β [grad]	a [μm]	e [μm]	f [μm]	Entra- da [%]	Sali- da [%]	Pare- des [%]	Densidad de celdas [celda /mm ²] (cpsi)	Diá- metro hidráu- lico de salida [μm]	Super- ficie de filtra- ción [mm/mm ²]
60	90	1800	305	153	36,92	20,3	42,8	33 (213)	1031	0,99
60	85	1800	305	153	36,85	20,3	42,8	33 (214)	1031	0,99
60	70	1800	304	150	36,11	21,0	42,9	34 (221)	1032	1,03
60	65	1800	302	149	35,65	21,6	42,8	35 (225)	1036	1,05
60	60	1800	301	147	35,03	22,1	42,8	36 (230)	1037	1,07
65	90	1800	300	154	36,01	21,1	42,9	32 (209)	1088	0,97
65	85	1800	299	154	35,99	21,2	42,8	32 (209)	1089	0,97
65	70	1800	298	152	35,15	22,0	42,9	33 (216)	1091	1,00
65	65	1800	297	150	34,69	22,4	42,9	34 (220)	1093	1,02
70	90	1800	296	156	35,26	21,8	42,9	32 (205)	1135	0,95
70	85	1800	295	155	35,24	21,9	42,8	32 (206)	1137	0,95
70	70	1800	294	153	34,40	22,7	42,9	33 (212)	1139	0,98
75	90	1800	292	157	34,71	22,4	42,9	31 (203)	1175	0,93
75	85	1800	290	155,7	34,72	22,6	42,7	31 (203)	1178	0,94

En la siguiente tabla 2, se compararon las configuraciones de nido de abeja según la presente invención con el diseño cuadrado de la técnica anterior, en el que (α) y (β) son 90 grados.

Tabla 2

α [grad]	β [grad]	a [μm]	e [μm]	f [μm]	Entrada [%]	Salida [%]	Paredes [%]	Espesor de pared [μm]	Densidad de celdas [celda/ mm^2] (cpsi)	Superficie de filtración [mm/mm^2]
65	90	1800	299	154	36,03	21,2	42,8	426	32 (209)	0,97
90	90	1800	288	157	34,05	23,2	42,8	445	31 (199)	0,92
65	80	1800	299	153	35,83	21,4	42,8	422	33 (211)	0,97
65	90	1800	316	163	35,18	20,0	44,8	450	32 (209)	0,95
90	90	1800	290	159	33,88	22,9	43,2	450	31 (199)	0,91
65	80	1800	319	164	34,87	20,0	45,1	450	33 (211)	0,96

En la tabla 2, las configuraciones de nido de abeja de las tres primeras líneas se realizaron con superficie de sección transversal constante de la pared, mientras que las configuraciones de las tres últimas líneas se realizaron a espesor de pared constante. Tal como resulta evidente a partir de la tabla anterior, las configuraciones de nido de abeja según la presente invención en las que (α) es 65 grados y (β) es 90 u 80 grados ofrecen una superficie de filtración muy superior con respecto al diseño cuadrado de la técnica anterior. Además, tal como resulta evidente a partir de la tabla 2, las configuraciones de nido de abeja de la invención ofrecen una razón de asimetría mejorada y una densidad de celdas superior, proporcionando así una superficie de filtración mejorada.

Los ejemplos anteriores demuestran que las configuraciones de nido de abeja según la presente invención pueden proporcionar razones de asimetría adecuadas con un diámetro hidráulico de salida de aproximadamente 1000 micras y una superficie de filtración incluso superior a 0,98. Los ejemplos anteriores también muestran los grados de libertad ofrecidos por la configuración de estructura de nido de abeja de la presente invención; en particular, una vez que se ha determinado el espacio dedicado a la pared, las áreas de entrada y salida pueden ajustarse fácilmente variando los ángulos (α) y (β). En comparación con los diseños achaflanados de la técnica anterior, la configuración de estructura de nido de abeja de la presente invención permite obtener un aumento del área de filtración y la eficacia de filtración, ya que no hay ninguna pérdida en la eficacia de filtración debida a los chaflanes.

Finalmente, las configuraciones de nido de abeja según la presente invención en las que ningún punto de una celda de entrada dada está más cerca de una celda de entrada adyacente que de una celda de salida adyacente se obtienen cuando se cumplen las siguientes desigualdades (1) y (2):

$$(1) f > e(1 - \cos\alpha)/(1 + \cos\beta) \text{ y}$$

$$(2) f > e(1 + \cos\alpha)/(1 - \cos\beta)$$

Ejemplo 2

Se evaluaron estructuras de nido de abeja según la invención, en las que las celdas de entrada y de salida tenían ángulos redondeados; las configuraciones de nido de abeja y los parámetros α , β , a, e y f se notifican en la tabla 3 y la figura 6. Estas estructuras de nido de abeja ofrecen ventajas de fabricación, ya que pueden usarse electrodos que tienen diámetros A y B variables para la preparación de las celdas asimétricas; en las realizaciones de la invención, el radio de ambos electrodos, A y B, era de 100 micras.

TABLA 3

α [grad]	β [grad]	a [μm]	e [μm]	f [μm]	Entra- da [%]	Sali- da [%]	Pare- des [%]	Espe- sor de pared [μm]	Densi- dad de celdas [celda /mm ² (cpsi)]	Diáme- tro hidráu- lico de salida [μm]	Super- ficie de filtra- ción [mm/mm ²]
60	90	1800	339	127	39,39	17,8	42,8	420	33 (213)	1027	0,99
60	85	1800	339	161	39,36	17,8	42,8	419	33 (214)	1026	1,00
60	70	1800	341	119	38,98	18,2	42,8	408	34 (221)	1022	1,03
60	65	1800	343	114	38,73	18,5	42,8	401	35 (225)	1019	1,05
60	60	1800	345	108	38,42	18,8	42,8	392	36 (230)	1016	1,08
65	90	1800	332	128	38,47	18,7	42,8	429	32 (209)	1079	0,97
65	85	1800	332	127	38,46	18,7	42,8	428	32 (209)	1078	0,97
65	70	1800	335	120	38,04	19,2	42,8	416	33 (216)	1074	1,01
65	65	1800	336	115	37,78	19,4	42,8	409	34	1072	1,03

ES 1 072 968 U

									(220)		
70	90	1800	327	128	37,77	19,4	42,8	436	32 (205)	1121	0,96
70	85	1800	327	128	37,72	19,5	42,8	435	32 (206)	1121	0,96
70	70	1800	330	121	37,31	19,9	42,8	423	33 (212)	1117	0,99
85	90	1800	320	129	36,59	20,6	42,8	448	31 (200)	1194	0,93
85	85	1800	320	128,9	36,57	20,6	42,8	447	31 (200)	1193	0,93

Las configuraciones anteriores, en las que el espacio global dedicado a las paredes se mantuvo constante, dieron un canal de entrada mayor con respecto a las estructuras correspondientes con ángulos afilados. Las configuraciones en las que (α) era 65 grados y (β) era 70, 75 u 85 grados dieron el mejor equilibrio de alta superficie de filtración, alta densidad de celdas y razón de salida con respecto a entrada mejorada.

La descripción anterior se refiere a realizaciones particulares de la presente invención para los fines de ilustrarla. Sin embargo, resultará evidente para un experto en la técnica que son posibles muchas modificaciones y variaciones de las realizaciones descritas en el presente documento. Se pretende que todas de tales modificaciones y variaciones queden dentro del alcance de la presente invención, según se define en las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Estructura de nido de abeja cerámica que tiene una cara de entrada y una cara de salida, que comprende una pluralidad de celdas de entrada y una pluralidad de celdas de salida que se extienden a través de la estructura desde la cara de entrada hasta la cara de salida, estando las celdas de entrada abiertas en la cara de entrada y cerradas donde están adyacentes a la cara de salida, y estando las celdas de salida abiertas en la cara de salida y cerradas donde están adyacentes a la cara de entrada, **caracterizada** porque:

las celdas de entrada y de salida tienen una sección transversal cuadrangular y están dispuestas en un patrón alterno, las celdas de salida tienen un área de sección transversal generalmente inferior a la de las celdas de entrada y tienen un ángulo interior agudo.

2. Estructura según la reivindicación primera **caracterizada** porque:

las celdas de entrada y de salida tienen una sección transversal rómbica.

3. Estructura según reivindicación primera, **caracterizada** porque las celdas de entrada y de salida están situadas en una disposición de tablero de ajedrez y las celdas de entrada adyacentes a lo largo de una diagonal dada de la disposición en tablero de ajedrez están giradas unas respecto a otras.

4. Estructura de nido de abeja cerámica según la reivindicación 3, en la que las celdas de entrada adyacentes a lo largo de una diagonal dada de la disposición en tablero de ajedrez están giradas unas con respecto a otras un ángulo superior a 1 grado.

5. Estructura de nido de abeja cerámica según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que ningún punto de una celda de entrada dada está más cerca de una celda de entrada adyacente que de una celda de salida adyacente.

6. Estructura de nido de abeja cerámica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la superficie de filtración por volumen de filtro está comprendida entre 0,8 y 1 mm²/mm³.

7. Estructura de nido de abeja cerámica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la razón de abertura es superior al 35%.

8. Estructura de nido de abeja cerámica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las celdas de salida tienen un ángulo interior agudo (α) que oscila desde 50 hasta 85 grados.

9. Estructura de nido de abeja cerámica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las celdas de entrada tienen un ángulo interior agudo (β) y las celdas de salida tienen un ángulo interior agudo (α), y (β) es superior a (α).

10. Estructura de nido de abeja cerámica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las celdas rómbicas o cuadrangulares tienen una o más esquinas achaflanadas o redondeadas.

11. Estructura de nido de abeja cerámica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las celdas adyacentes están separadas mediante paredes de división que tienen un espesor que oscila desde 100 hasta 500 micras.

12. Estructura de nido de abeja cerámica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende uno o más minerales seleccionados del grupo que consiste en carburo de silicio (SiC), nitruro de silicio, mullita, cordierita, circonia, titania, sílice, magnesita, alúmina, espinela, tialita, cianita, sillimanita, andalucita, silicato de litio y aluminio y titanato de aluminio.

13. Estructura de nido de abeja cerámica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que tiene un coeficiente de expansión térmica comprendido entre 0 y $9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

14. Estructura de nido de abeja cerámica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las celdas tienen una rugosidad de superficie Ra comprendida entre 1 y 100 micras.

15. Estructura de nido de abeja cerámica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que tiene una porosidad total comprendida entre el 20 y el 80%.

16. Estructura de nido de abeja cerámica según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que tiene un diámetro de poro d_{50} comprendido entre 1 y 60 micras.

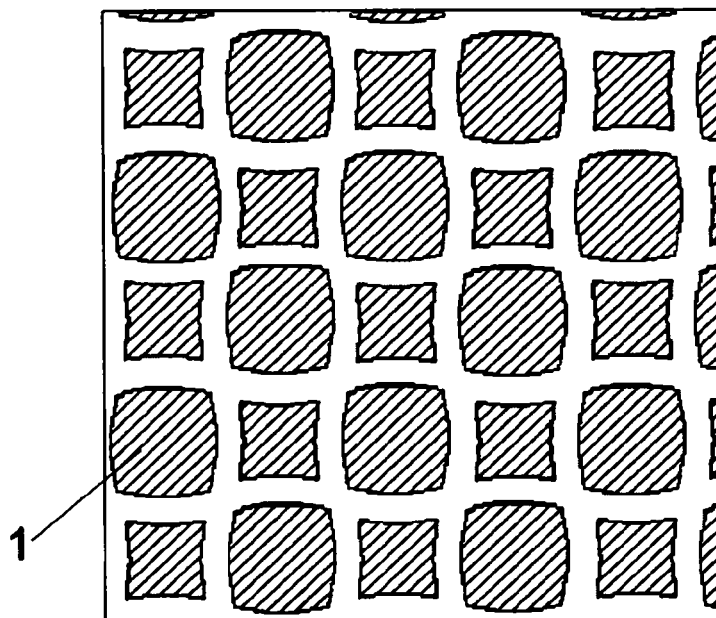


FIG. 1

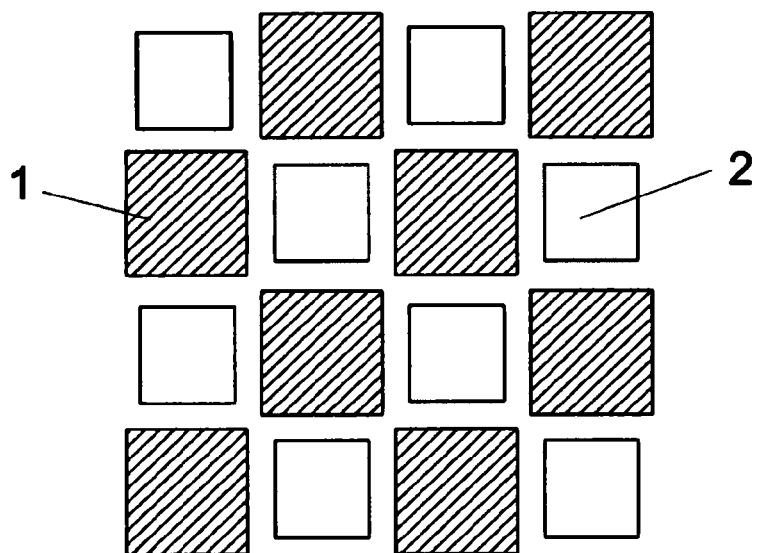


FIG. 2

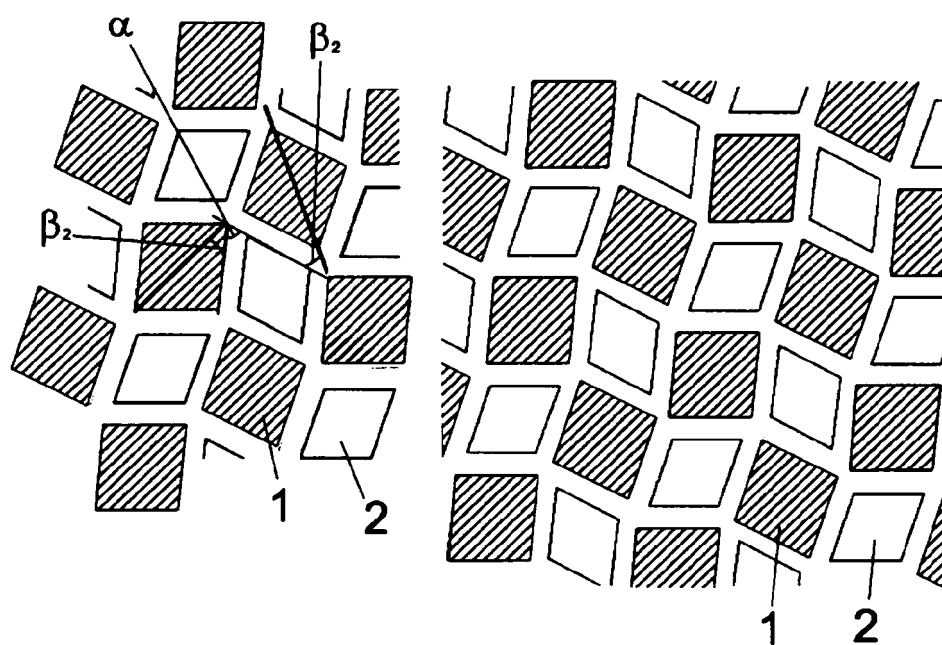


FIG. 3

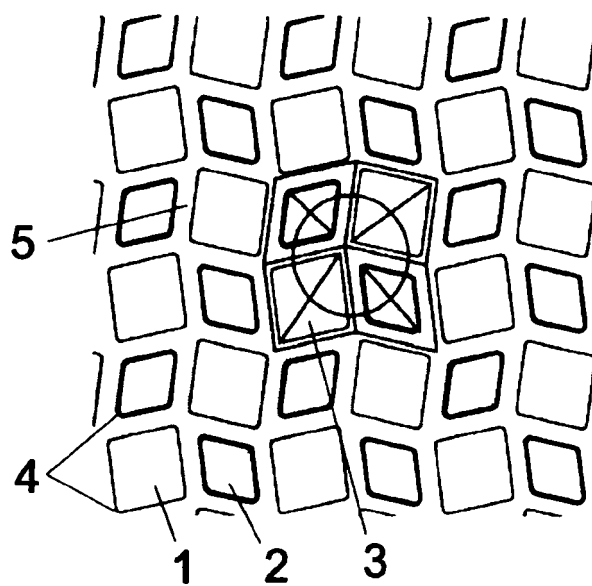


FIG. 4

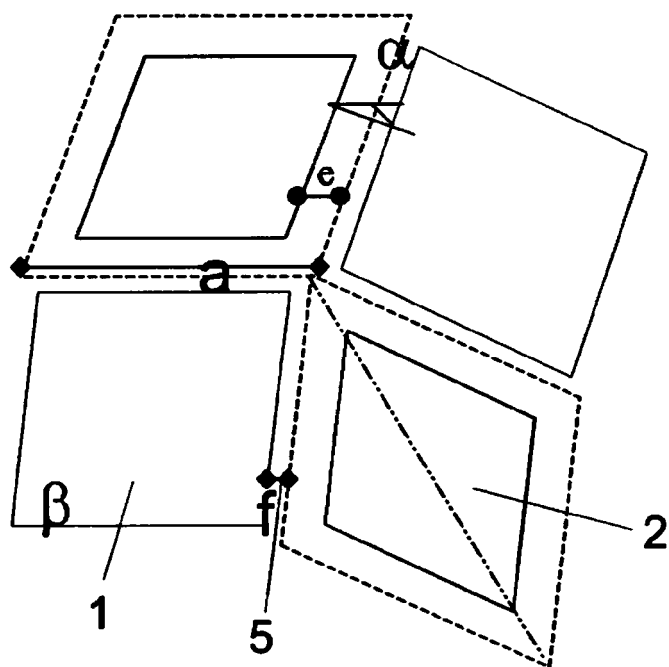


FIG. 5

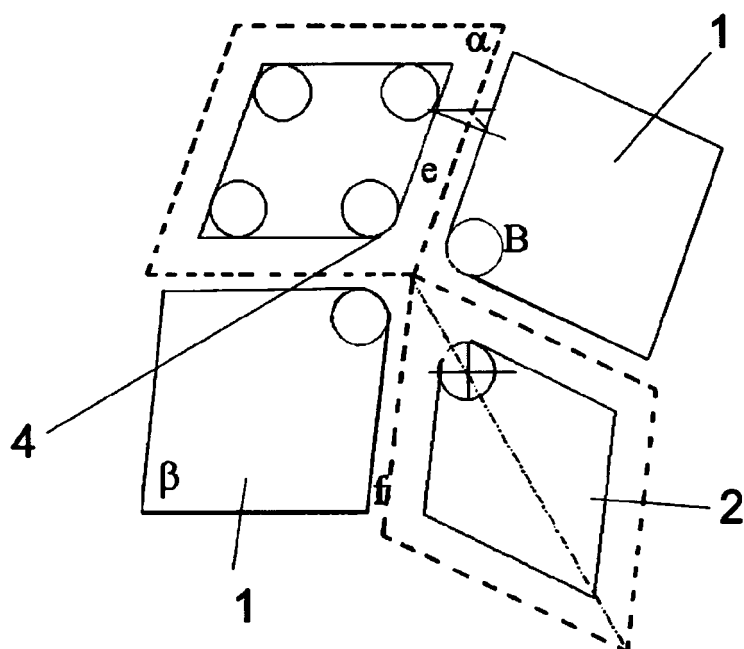


FIG. 6