(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 101268263 B
(45)授权公告日 2010.09.29

(21)申请号 200680034570.6
(22)申请日 2006.09.19
(30)优先权数据
0552840 2005.09.23 FR
(85)PCT申请进入国家阶段日
2008.03.20
(86)PCT申请的申请数据
PCT/FR2006/050908 2006.09.19
(87)PCT申请的公布数据
WO2007/034111 FR 2007.03.29
(73)专利权人 欧洲技术研究圣戈班中心
地址 法国库伯瓦
(72)发明人 S·巴顿 V·M·格莱泽
P·J·D·吉罗特
(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 72001
代理人 何自刚 黄力行
(51)Int.Cl.
F01N 11/00(2006.01)
F01N 3/023(2006.01)
(56)对比文件
WO 03/105999 A1,2003.12.24, 全文.
US 6298729 B1,2001.10.09, 全文.
EP 1369161 A1,2003.12.10, 全文.
CN 1270689 A,2000.10.18, 全文.
审查员 康红艳

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54)发明名称

用于控制及制造微粒过滤装置的方法

(57)摘要

本发明的一个主题是用于检查打算用在柴油发动机的排气管路中的微粒过滤器的鲁棒性的方法,包括以下步骤,要点是:已首先确定了所述过滤器的烟尘质量限制,将新过滤器装满了至少等于所述质量限制两倍、至多等于所述质量限制三倍的水平的烟尘,随后使得所述过滤器以任何顺序经历严格再生,确定所述过滤器的过滤效率,测量它的压降并将其与新过滤器的压降相比较,测量它的裂化程度;和最后测量在机械应力之后它的完整性。本发明的另一主题是用于诊断过滤器的鲁棒性的方法。

CN 101268263 B

1. 检查用于在柴油发动机的排气管路中使用的微粒过滤器的鲁棒性的方法，其包括下列步骤：

- 已首先确定了所述过滤器的烟尘质量限制，将新过滤器装满了至少等于所述质量限制两倍、至多等于所述质量限制三倍的水平的烟尘，随后使得所述过滤器以任何顺序经历严格再生：

- 确定所述过滤器的过滤效率；

- 测量它的压降并将其与新过滤器的压降相比较；

- 测量它的裂化程度；和最后

- 控制在机械应力之后它的完整性。

2. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，新过滤器被装载大约为两倍半于其烟尘质量限制的水平的烟尘。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的方法，其特征在于，确定烟尘质量限制包括了以下步骤，将至少 10 个过滤器的总体装载不同的烟尘质量，使得每个所述过滤器经历严格再生，随后确定出现肉眼可见的裂纹的烟尘质量。

4. 如权利要求 1 或 2 所述的方法，其特征在于，严格再生包括烟尘燃烧的启动，随后将发动机变为慢速。

5. 如权利要求 1 或 2 所述的方法，其特征在于，过滤器的过滤效率是通过测量在过滤器出口处相对于入口处烟量的排烟量而测量的，所述过滤器被安置在设置在它的对应于最大功率的工作点处的柴油发动机的排气管路中。

6. 如权利要求 1 或 2 所述的方法，其特征在于，通过对穿过过滤器的超声波传播速度的测量、与穿过新过滤器的超声波传播速度的等价测量之间的比较，而优选地执行对裂化程度的测量的步骤。

7. 如权利要求 1 或 2 所述的方法，其特征在于，在过滤器已受到振动之后，通过验证过滤器的构件保持稳固地附接，来控制过滤器的机械完整性。

8. 诊断用于在柴油发动机的排气管路中使用的微粒过滤器的鲁棒性的方法，包括以下步骤，实施如前面的权利要求之一中所述的检查方法，并通过将过滤效率、压降的变化、裂化程度及所述过滤器的完整性来与预定值和 / 或预定程度对比，来诊断过滤器是鲁棒性的。

9. 如前述权利要求中所述的诊断方法，其特征在于，当过滤器具有大于或等于 85％的过滤效率指数、绝对值小于或等于 10％的压降指数、大于或等于 -30％的裂化指数及零完整性指数时，将诊断过滤器是鲁棒性的。

10. 制造用于在柴油发动机的排气管路中使用的微粒过滤器的方法，包括下列步骤：将按化学性质和 / 或它们的微粒粒度定义的矿物和可选有机原材料的混合物成形，随后根据一定参数来干燥并烘烤，其特征在于，它还包括下列步骤：

- 对于原材料化学性质和微粒粒度和 / 或成形、干燥及烘烤参数的每种组合，实施如权利要求 8 或 9 中所述的诊断方法；

- 选定使得有可能获得鲁棒性微粒过滤器的组合；

- 选定的组合被用来制造微粒过滤器。

用于控制及制造微粒过滤装置的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及在柴油发动机的排气管路中使用的、用于除去燃料燃烧所制造的烟尘的微粒过滤器的领域。本发明尤其是涉及用于控制和诊断这样一个过滤器的热机械特性的方法，且还涉及用于制造微粒过滤器的方法。

背景技术

[0002] 已知柴油发动机是制造大量烟尘的。这是在燃烧火焰的极其中心处无氧的情况下由烃类热裂解、以及在燃烧室内不足以燃烧因而产生的全部烟尘微粒的温度而产生的。此烟尘当被排放到车辆外面时，作为在其上凝结未燃烧碳氢化合物的晶粒，因而组成了可以被吸入的、且其微小粒度允许它们直接进入肺泡的固态微粒。

[0003] 为限制烟尘排放出车辆外面、并满足日益严格的环境标准，已经知道在排气管路中提供可选择与催化装置相组合的过滤装置，催化装置具有将污染性气体排放物转化为惰性气体的目标。在该污染性气体排放物中出现的尤其是未燃烧的碳氢化合物、且还有氮的氧化物 (NO_x) 或者一氧化碳 (CO)。

[0004] 一般被称为“微粒过滤器”的烟尘过滤装置，通常是由多孔陶瓷过滤支撑件组成的。此支撑件通常具有蜂巢结构，所述结构的一面允许待过滤废气的进入，且其它面允许过滤后的废气排出。介于这些面中间，过滤结构具有被多孔壁彼此隔开的纵向和平行通道的组件，所述通道在它们的一端处被封闭，以便推压废气通过所述多孔壁。为了该组件的良好密封，结构的外围部分由称为涂层接合剂的接合剂所包围。该过滤器也被保护性覆盖层所包围，该保护性覆盖层经常被称为“罐装 (canning)”、且是由玻璃纤维垫及金属外壳制成的。为了产生较好的抗热冲击性 (thermal shock resistance)，该过滤器有时是由具有蜂巢结构的平行立体面单块 (parallelepipedal monolithic) 元件的组件组成，所述元件是用接合剂装配的。

[0005] 通常使用的陶瓷是堇青石 ($Mg_2Al_4Si_2O_{18}$) 或硅的碳化物 (SiC)，后者因其导热性及耐腐蚀特性而被优选。

[0006] 在发动机运行期间，微粒过滤器装满了沉积在多孔壁上的烟尘微粒。与在燃烧室内同样地，存在着允许烟尘燃烧的最低温度的问题。因为烟尘被保持在过滤器中，燃烧动力学可以比在燃烧室内更低，这使得有可能将烟尘的燃烧温度降低到600℃左右。然而此收益不足以确保在发动机的整个工作范围上的过滤器内的烟尘燃烧。因此有必要在过滤循环之后提供一个再生循环，在该再生循环期间烟尘燃烧。

[0007] 该微粒过滤器因此根据下列方法而运行：

[0008] - 当废气温度允许时的烟尘的准“同时”过滤和燃烧；

[0009] - 当废气温度过低时在过滤器中保持和积聚烟尘微粒；

[0010] - 在烟尘积聚引起的压降变得不可接受之前的过滤器再生；

[0011] 在烟灰保持阶段期间，过滤器的逐渐堵塞明确地导致压降增加，这表现为发动机的燃料消耗的增加。

[0012] 通过使用后注入法提高废气的温度来执行再生步骤，后注入法要点是：在发动机循环中的稍后时间里，注入将在排气管路中燃烧的燃料。

[0013] 在再生期间，且因为烟尘的放热燃烧，随着烟尘颗粒优选地沉积在过滤器的中心部分内、且还有在其下游部分内，过滤器承受了高而且不均一的温度。该过滤器因此承受了能在材料内产生导致其过滤能力部分或完全损失的微裂纹的高的热冲击。

[0014] 为了承受其鲁棒性，则能够根据热机械强度来预测并控制特定过滤器的性能是重要的。

[0015] 在本发明的内涵中，将术语“鲁棒性”理解成意为过滤器在不直接介入的情况下，在惯常的行车条件下维持可接受的工作水准的能力，尤其是在这种类型的行车条件下，即60％的时间在干线公路上，15％的时间在城镇里，25％的时间在高速公路上。

[0016] 被称为“烟尘质量限制(soot mass limit)”的一个常用参数，要点是：从所谓的严格再生循环产生裂化时开始，确定积聚在过滤器中的烟尘含量。严格再生的特征是当再生已在进行中时发动机变到慢速（通常变为800rpm的速度）。这具有通过大量供应氧气用于低废气流率来加速烟尘燃烧的效果。烟尘质量限制因而得以确定，随后汽车制造厂商的问题是改变再生频率，以便使得后者仅在此质量限制下对所积聚的烟尘质量而发生。已经研发了用于在线估计积聚在过滤器中的烟尘质量的系统。且其通常基于对压降的测量，也就是说基于在过滤器上游和下游之间的压差。

[0017] 发明人不论用何种方法已经论证了该参数在预测鲁棒性方面是不足的，且尤其是不可能在过滤器的随后的运行期间确保所有的再生将在该烟尘质量限制下执行。对发明人而言，很显然多种因素能够得到这样的结果即：重生对明显高于烟尘质量限制的、尤其是大约是该质量限制两倍的烟尘质量发生。特别是，在所测得的压降与实际积聚的烟尘质量之间的弱相关、或尤其是当在城镇环境中或在发动机技术问题的情况下驾驶时低估了排放到燃烧室外面的烟尘数量，可能是一个问题。对此问题的一个解决方案可以是增加再生频率，其不论通过何种方法会具有增加燃料消耗的缺陷。

[0018] 因此，还存在对能检查并诊断微粒过滤器的鲁棒性、且能选择允许保证此鲁棒性的过滤器材料及结构的需要。

[0019] **发明内容**

[0020] 为此，本发明的第一主题是用于检查打算在柴油发动机的排气管路中使用的微粒过滤器的鲁棒性的方法，其包括下列步骤：- 已首先确定了所述过滤器的烟尘质量限制，将新过滤器装满了至少等于所述质量限制两倍、至多等于所述质量限制三倍的水平的烟尘，随后使得所述过滤器以任何顺序经历严格再生：- 确定所述过滤器的过滤效率；- 测量它的压降并将其与新过滤器的压降相比较；- 测量它的裂化程度；和最后 - 测量在机械应力之后它的完整性。

[0021] 本发明的另一主题是用于诊断打算用在柴油发动机的排气管路中的微粒过滤器的鲁棒性的方法，包括以下步骤，要点是：根据本发明实施检查过程，并通过将过滤效率、压降变化、所述过滤器的裂化程度及完整性与预定值和 / 或预定程度相对比，来诊断过滤器为鲁棒性的。

[0022] 对发明人而言，很显然这种处置方式使得有可能在有很高确定性的情况下，确保微粒过滤器有或无鲁棒性，且这样做有可能有较低成本，所执行的该组测试构成了必需的、

且足以完成此目标的一组。

[0023] 确定烟尘质量限制优选地包括了以下步骤，要点是：将至少 10 个过滤器的总体 (population) 装载不同的烟尘质量，使得每个所述过滤器经历严格再生，随后确定出现肉眼可见的裂纹的烟尘质量。

[0024] 严格再生优选地包括烟尘燃烧的启动，随后将发动机变为慢速。当存在着确定一种类型的过滤器的烟尘质量限制的问题、和当有在根据本发明经历该组测试之前重生装满烟尘的过滤器的问题时，严格再生步骤以相同方式有利地执行。

[0025] 在经历严格再生之前，新过滤器优选地装满大约是烟尘质量限制两倍半水平的烟尘。

[0026] 过滤器的过滤效率是通过测量在过滤器出口处相对于入口处烟量的排烟量而有利地测量的。为了执行它，有可能将排烟浓度计 (smoke meter) 放置到微粒过滤器的上游和下游。该排烟浓度计使得有可能通过测量由于烟雾引起的发黑度来确定烟尘微粒的量。

[0027] 表述“压降”在本发明的内涵中被理解成意为在过滤器的上游和下游之间的压差。该压降必需根据用于新过滤器和再生过滤器相同的协议来测量。存在各种方法，它们为本领域的技术人员所熟知。

[0028] 过滤器的裂化程度优选地通过使用非破坏型的方法来测量，尤其是借助于在专利申请 FR-A-2 840 405 中所说明的方法，且特别是通过测量穿过过滤器的超声波的传播。在传播参数（传播速度、波的频率和幅值）中，速度已被证明是裂纹的数量及严重程度的可靠指标。相对于通过新材料的超声波传播速度的传播速度的过大降低，可以明显是优选地与裂纹的出现相关的。因此通过对穿过过滤器的超声波传播速度的测量、与穿过新过滤器的超声波传播速度的等价测量之间的比较，而优选地执行对裂化程度的测量。

[0029] 在过滤器已受到振动、尤其是代表了在发动机的排气管路中的过滤器所经受的那些振动之后，通过验证过滤器的构件保持稳固地附接，来优选地检查过滤器的机械完整性。此处，术语“构件”被理解成意为围绕过滤器的纤维垫、且还有在组装的过滤器的情况下通过接合剂而组装到一起的平行立体面单块元件。不足的机械完整性可以通过纤维垫及股滤器的分离、或是通过组装的过滤器的一个或多个单块元件的分离而呈现。

[0030] 为了运行方便，优选地在环境温度处执行测试。它有时可以在较高温度处执行。所经历的振动优选地是以介于 50 和 250Hz 之间的频率、和用于 30g 加速度的至少 15 分钟的持续时间为特征。

[0031] 更具体地，在本发明的内涵中，定义了下列指标：

[0032] - 过滤效率指数；

[0033] - 压降指数；

[0034] - 裂化指数；

[0035] - 完整性指数。

[0036] 通过在先前已经确定烟尘质量限制、并在满载有两倍半于此烟尘质量限制的过滤器之上执行严格再生，对这些指数进行测量，下面是在下文中定义的方案。

[0037] 对烟尘质量限制的确定和严格再生是在配备有用于测量压降的装置的发动机试验台上执行的。所使用的发动机是 PSA 所制造的 DW10A 型的发动机。它是具有 21 位移的直接喷射式柴油发动机。此发动机被供以含硫量低于 350ppm 且包含 25ppm 二氧化铈含量

的燃料，后者是一般用来减少烟尘燃烧温度的添加剂。微粒过滤器与它的防护罩一起安装到发动机和氧化催化剂的下游。

[0038] 至少 10 个过滤器的新过滤器总体接连地经历下列步骤。

[0039] 发动机以 4000rpm 全功率运转 30 分钟，以便热稳定如前所述安装的过滤器，也就是说与它们的防护罩一起。过滤器随后与它们的防护罩一起被拆卸并称量以确定初始质量。过滤器随后被重新安装在排气管路中，随后在不同的持续期内经历以 3000rpm 产生 50Nm 扭矩的发动机运行，以便装载不同的烟尘质量。过滤器随后被称量，由所获得质量和初始质量之间的差值确定每个过滤器的烟尘质量。

[0040] 因而负载的过滤器被有序地重新安装，以便经受因此定义的严格再生：在将发动机用于产生 95Nm 扭矩的 1700rpm 的发动机速度稳定 2 分钟之后，以 70° 的相位调整执行后注入，来实现 18mm^3/shot 的后注入流率。一旦启动烟尘燃烧，更精确地是当压降降低进行至少 4 秒时，发动机速度减少到 1050rpm、产生 40Nm 的扭矩达 5 分钟，以便加速烟尘燃烧。过滤器随后承受 4000rpm 的发动机速度 30 分钟，以便排出残余烟尘。

[0041] 因而再生的过滤器在切断后被观察以揭示肉眼可见的裂纹的可能存在。烟尘质量限制对应于出现这些裂纹的烟尘质量。

[0042] 随后在与因而所测试的过滤器相同性质的同样的新过滤器上执行检查过程。

[0043] 对应于大于 100m^3/h 的流率，新过滤器（没有烟尘）的压降被测量。超声波的传播速度也在通常 50kHz 的频率处被测量。所用的装备可以是例如 CNS Farnell 销售的名为“Pundit plus”的装备。

[0044] 过滤器随后被装满如前所定义的、含量等于其烟尘质量限制的两倍半的烟尘，并随后还根据前面所说明的协议进行再生。

[0045] 过滤效率指数被定义为介于过滤器上游的烟尘微粒的数量、和所述过滤器下游的相对于所述过滤器上游的烟尘微粒的数量之间的差值。

[0046] 为了实现这点，将排烟浓度计放置到微粒过滤器的上游和下游，后者被放置到以 4000rpm 全功率运行的发动机的排气管路中 30 分钟。

[0047] 发明人已经论证了鲁棒性过滤器必须在这些测量条件下具有大于或等于 85％的过滤效率指数。

[0048] 接下来，通过遵循与新过滤器相同的运行协议来测量再生过滤器的压降，且压降指数被定义为再生过滤器的压降相对于新过滤器压降的变化的百分比。此指数可以是正或负的，后者的情况通常由于裂纹的出现而发生。

[0049] 鲁棒性过滤器必须具有绝对值小于或等于 10％的压降指数。

[0050] 裂化指数对应于根据本发明的通过再生过滤器的超声波的传播速度、和通过新过滤器的超声波的传播速度之间的百分比变化，并根据相同的运行协议执行两次测量。通常，此指数为负。

[0051] 鲁棒性过滤器必须具有大于或等于 -30％的裂化指数。

[0052] 过滤器随后经受完整性测试。

[0053] 过滤器在配备有位于各不同位置处的若干加速度计的电动力学测试台上被放置于它的防护罩内。第一加速度计被安置成与它的平面中心处的过滤器相接触，第二加速度计被安置在防护罩的金属外壳上。这两个双轴加速度计使得有可能测量在过滤器的轴线方

向内的振动。

[0054] 再生过滤器在 185Hz 的频率处经受振动循环，该振动循环包括每个对应于给定加速度的 15 分钟的连续保持。第一保持对应于 5g 的加速度，第二个则对应于 10g 的加速度，加速度随后按每个连续保持 10g 的步长而增加。

[0055] 此振动测试可以在由 LDS 测试与测量有限责任公司所销售的电动力学试验台上执行，该电动力学试验台具有 35kN 的容量，并配备具有 10kN 最大力、在 0-500Hz 频率范围内运行的、且装备了具有 211/min 的流率的 200bar 液压控制单元的液压千斤顶。

[0056] 完整性指数是由在测试末期从过滤器分离开的构件数量所定义的。鲁棒性过滤器必定具有零完整性指数。

[0057] 本发明的另一个主题是诊断打算在柴油发动机的排气管路中使用的微粒过滤器的鲁棒性，包括了如下步骤即要点在于确定它的过滤效率指数、它的压降指数、它的裂化指数和它的完整性指数，如它们在上面被定义的范围内；且要点还在于当过滤器具有大于或等于 85％的过滤效率指数、绝对值小于或等于 10％的压降指数、大于或等于 -30％的裂化指数及零完整性指数时，将诊断为过滤器是鲁棒性的。

[0058] 本发明的最后主题是用于制造打算用在柴油发动机的排气管路中的微粒过滤器的方法，包括下列步骤：将按化学性质和 / 或它们的微粒粒度定义的矿物和可选有机原材料的混合物成形，随后根据一定参数来干燥并烘烤，其特征在于，它还包括下列步骤：

[0059] - 对于原材料化学性质和微粒粒度和 / 或成形、干燥及烘烤参数的每种组合，实现根据本发明的诊断；

[0060] - 选定使得有可能获得鲁棒性微粒过滤器的组合；

[0061] - 选定的组合被用来制造微粒过滤器；

[0062] 所用的矿物原材料由它们的化学性质和它们的微粒粒度或微粒粒度分布来定义。这两个参数将对过滤器的鲁棒性和热机械特性有极大影响，特别是通过它们将在所获得的材料的化学性质及结构上具有的最重要影响、尤其是对材料多孔性（孔粒度分布、孔分布均匀性）以及晶粒和晶界的化学性质的影响。

[0063] 有机材料经常被添加，这使得有可能在成形之前调节混合物的粘性和塑性。

[0064] 形状参数及成形类型将也影响所获得的材料的结构。因此，在通过挤出来成形以获得蜂巢结构期间，模具的形状例如将直接影响壁厚或通道密度。

[0065] 干燥及烘烤参数，尤其是时间 / 温度循环，也具有对材料结构及其性质、和可能地对烘烤的影响，例如，导致所使用的矿物原材料的化学或结晶的变型、或材料密度稠化 (densification)。

具体实施方式

[0066] 本发明将通过下列的具体实施例的具体说明而得以更好理解。

[0067] 由具有蜂巢结构的平行立体面单块元件的组件所构成的再结晶碳化硅 (R-SiC) 纤维是根据下列过程而得到的：所述元件被挤压，随后在超过 2000℃处被烘烤，并最终使用基于碳化硅的接合剂而组装起来。所获得的该结构随后被机加工以便赋予它带有圆形基座的圆筒状，随后它被接合剂所覆盖。因而制造的过滤器具有 14.38cm 的直径和 25.4cm 的长度。单块元件的通道密度是 31 通道 / 每平方厘米。这种过滤器的制造是，例如在专利申

请 EP-A-816 065 或 EP-1-1 142 619 中所说明的。

[0068] 为了确定其过滤效率、压降、裂化及完整性指标，过滤器的此类烟尘密度限制是根据上面定义的协议、使用 12 个同样性质的过滤器来测量的。所获得的烟尘质量限制是 7g/l，也就是说 7 克 / 过滤器每公升。

[0069] 新过滤器随后特征根据本发明使用控制过程。该新过滤器的压降是 16.1mbar。

[0070] 过滤器随后以这样一种方式被装满烟尘，即它的烟尘质量是 18 克、或大约 2 倍半于它的烟尘质量限制。随后它根据前面所说明的程序经受严格再生，之后根据本发明经受测试。它的过滤效率指数为 88％，这意味着 88％的烟尘被过滤掉。再生过滤器的压降是 16.3mbar，即仅仅 1.2％的增加，这个值对应于压降指数。超声波的传播速度相对于通过新过滤器的传播速度减少了 23％，这使得有可能确定等于 -23％的裂化指数，因此大于 -30％。完整性指数本身为零，在振动测试后没有过滤器的元素分离。

[0071] 等同于受测试过滤器的新过滤器承受这样的行车条件，即包括约 120000 公里的 60％的时间在干线公路上、15％的时间在城镇里、25％的时间在高速公路上，和能维持过滤器的可接受的运行。

[0072] 根据本发明的控制及诊断过程可以被应用于控制新过滤器和恢复的过滤器两者的质量的控制。表述“恢复的过滤器”被理解成意为在发动机的排气管路中运行之后已经被清洁的过滤器。

[0073] 根据本发明的过程也是完全适合于过滤器生产的统计控制、或适于在新颖性材料的研发或制造过程的情况下来选择鲁棒性过滤器。

[0074] 前述说明使得有可能解说本发明的某些可能的实施例。清楚的认识到，此说明没有以任何方式作出限制，且本领域的技术人员能够在不以任何方式离开本发明的情况下执行本发明的其它变型。