

(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101316642 B

(45) 授权公告日 2011.09.07

(21) 申请号 200680044638.9

(22) 申请日 2006.11.16

(30) 优先权数据

11/291,687 2005.11.30 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2008.05.29

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2006/044683 2006.11.16

(87) PCT申请的公布数据

W02007/064497 EN 2007.06.07

(73) 专利权人 康宁股份有限公司

地址 美国纽约州

(72) 发明人 D·M·比尔 G·A·默克尔

D·J·汤普森

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公

司 31100

代理人 沙永生

(51) Int. Cl.

B01D 46/24 (2006.01)

C04B 35/195 (2006.01)

C04B 38/00 (2006.01)

(56) 对比文件

WO 9943629 A1, 1999.09.02, 说明书第 2 页第 15 行至第 3 页第 11 行, 第 8 页第 4-19 行、权利要求 1.

US 6214437 B1, 2001.04.10, 全文.

US 6773481 B2, 2004.08.10, 说明书实施例.

US 6541407 B2, 2003.04.01, 说明书实施例、权利要求 41.

US 20040029707 A1, 2004.02.12, 说明书实施例、权利要求 7.

审查员 刘学禹

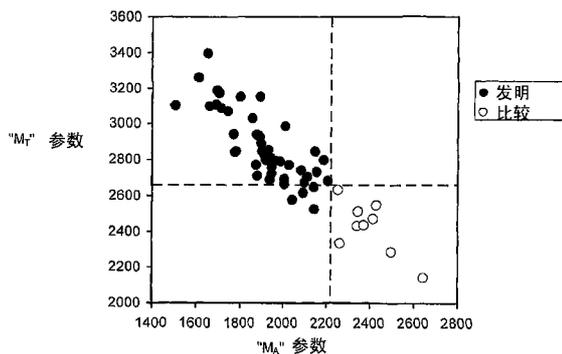
权利要求书 4 页 说明书 30 页 附图 5 页

(54) 发明名称

具有提高的强度的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品及其制造方法

(57) 摘要

具有提高的机械强度和抗热冲击性的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品。所述多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品的  $M_A < 2220$ , 或者  $M_T > 2660$ , 其中  $M_A = 3645(I_A) - 106(CTE) + 19(d_{90}) + 17(\% \text{孔隙率})$ ,  $M_T = 4711(I_T) + 116(CTE) - 26(d_{90}) - 28(\% \text{孔隙率})$ , 而且在至少一个方向上,  $CTE \leq 9 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 。还揭示了一种制造方法, 其中所述无机原料包括滑石、氧化铝形成源、二氧化硅形成源、以及 0-18 重量%的高岭土或煅烧的高岭土, 所述高岭土或煅烧的高岭土中中值粒径小于 7 微米的细高岭土源的含量不大于 8 重量%, 所述烧制的多孔陶瓷堇青石蜂窝体制品的孔隙率  $< 54\%$ 。或者, 如果所述细高岭土源的用量大于 8 重量%, 则要在 1200-1300°C 范围内使用不大于 20°C / 小时的缓慢的升温速率。



1. 一种多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,其具有以下性质:  
 $M_A < 2220$ , 或  
 $M_T > 2660$   
 其中  
 $M_A = 3645(I_A) - 106(CTE) + 19(d_{90}) + 17(\% \text{孔隙率})$ ,  
 $M_T = 4711(I_T) + 116(CTE) - 26(d_{90}) - 28(\% \text{孔隙率})$ ,  
 $25-800^\circ\text{C}$  的 CTE 不大于  $9 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$  ;  
 中值孔径  $d_{50}$  满足  $10 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 25 \mu\text{m}$ 。
2. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,该制品还包括以下性质:孔隙率%至少为 40%且小于 54%。
3. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,该制品还包括以下性质:中值孔径  $d_{50}$  满足  $d_{50} \geq 13 \mu\text{m}$ 。
4. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,该制品还包括以下性质:在至少一个方向, $25-800^\circ\text{C}$  的  $CTE \leq 8 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 。
5. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,该制品还包括以下性质:在至少一个方向, $25-800^\circ\text{C}$  的  $CTE \leq 5 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 。
6. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,该制品还包括以下性质:  
 $M_A < 2000$ , 或  
 $M_T > 2900$ 。
7. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,该制品还包括以下性质:  
 $M_A < 1800$ , 或  
 $M_T > 3000$ 。
8. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,该制品还包括以下性质:  
 $\% \text{孔隙率} \leq 52\%$ ,  
 $d_{90} \leq 29$  微米,  
 $I_A \leq 0.33$ ,  
 在至少一个方向,在  $25-800^\circ\text{C}$  的  $CTE \leq 8 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ ,  
 且  $d_{50} \geq 10$  微米。
9. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,其特征在于,所述制品是蜂窝体壁流式颗粒过滤器。
10. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,该制品还包括以下性质:  
 $M_A < 2220$ , 且  
 $M_T > 2660$ 。
11. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,该制品还包括以下性质:在 200/20 孔道几何结构中,在  $25^\circ\text{C}$  下的弹性模量  $E$  小于  $1.3 \times 10^6 \text{PSI}$ 。
12. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,该制品还包括以下性质:  
 $E_R < 1.20$ , 所述  $E_R$  是  $1000^\circ\text{C}$  下的弹性模量  $E'$  与  $25^\circ\text{C}$  下的弹性模量  $E$  的比值。
13. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品,该制品还包括以下性质:  
 $\% \text{孔隙率}$  至少为 44% 且不大于 53%。

$10 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 20 \mu\text{m}$ ,

$d_{90} \leq 33 \mu\text{m}$ ,

$(d_{50}-d_{10})/d_{50} \leq 0.55$ , 且

在 25-800°C、在至少一个方向上  $\text{CTE} \leq 8 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 。

14. 如权利要求 13 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质: 在至少一个方向上  $\text{CTE} \leq 6 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 。

15. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质: %孔隙率至少为 46% 且不大于 53%,

$12 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 19 \mu\text{m}$ ,

$d_{90} \leq 30 \mu\text{m}$ ,

$(d_{50}-d_{10})/d_{50} \leq 0.50$ , 且

在 25-800°C、在至少一个方向的  $\text{CTE} \leq 8 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 。

16. 如权利要求 15 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质:  $(d_{50}-d_{10})/d_{50} \leq 0.40$ 。

17. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质:  $I_T > 0.86$ 。

18. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质:  $I_A < 0.40$ 。

19. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质:  $d_{90} \leq 30 \mu\text{m}$ 。

20. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质: 热冲击参数  $\text{TSP} \geq 550^\circ\text{C}$ 。

21. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质: 在 25°C 的 MOR/E 比值大于或等于 0.073%。

22. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质:  $d_f \leq 0.40$ , 其中  $d_f = (d_{50}-d_{10})/d_{50}$ 。

23. 如权利要求 22 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质:  $d_f \leq 0.36$ , 其中  $d_f = (d_{50}-d_{10})/d_{50}$ 。

24. 如权利要求 22 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质: %孔隙率大于或等于 48% 且小于 54%。

25. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质:  $M_A < 2000$ , 且

$M_T > 2800$ 。

26. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质: 在 25-800°C、沿轴向的平均  $\text{CTE} (10^{-7}/^\circ\text{C})$  大于  $34.4(I_A)-8.7$  定义的量。

27. 如权利要求 1 所述的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品, 该制品还包括以下性质: 在 25-800°C、沿轴向的平均  $\text{CTE} (10^{-7}/^\circ\text{C})$  大于  $40.0-40.6(I_T)$  定义的量。

28. 一种制造如权利要求 1 所述的多孔陶瓷堇青石蜂窝体制品的方法, 该方法包括以下步骤:

将无机原料与加工助剂以及任选的成孔剂混合起来,形成增塑的混合物,所述无机原料包括滑石、氧化铝形成源、二氧化硅形成源、以及 0-18 重量%的高岭土或煅烧高岭土,所述高岭土或煅烧高岭土中中值粒径小于 7 微米的细高岭土源的含量不大于 8 重量%,或者如果细高岭土源的含量大于 8 重量%,则要在烧制的过程中使用缓慢的升温速率,

对所述增塑的混合物进行成形,形成蜂窝体结构,

对所述蜂窝体结构进行烧制,形成孔隙率小于 54%的多孔陶瓷堇青石蜂窝体制品,如果细高岭土源的用量大于 8 重量%,则在 1200-1300℃范围内要采用不大于 20℃ / 小时的缓慢加热速率。

29. 如权利要求 28 所述的制造方法,其特征在于:

滑石的含量为 38-42 重量%,

所述氧化铝形成源的含量为 34-38 重量%,重均中值粒径至少为 5 μ m

所述二氧化硅形成源的含量为 10-24 重量%,中值粒径至少为 10 μ m。

30. 如权利要求 29 所述的制造方法,其特征在于,该方法中中值粒径小于 7 微米的细高岭土源的含量不大于 4 重量%。

31. 如权利要求 29 所述的制造方法,其特征在于,中值粒径小于 7 微米的细高岭土源的含量不大于 2 重量%。

32. 如权利要求 29 所述的制造方法,其特征在于,所述无机原料不含高岭土。

33. 如权利要求 29 所述的制造方法,其特征在于,所述二氧化硅形成源的中值粒径至少为 20 微米。

34. 如权利要求 28 所述的制造方法,其特征在于,所述氧化铝形成源的重均中值粒径至少为 6 微米。

35. 如权利要求 29 所述的制造方法,其特征在于所述氧化铝形成源部分包含高度可分散的粉末,所述高度可分散的粉末的中值粒径小于 1 微米,其含量不大于无机原料的 10 重量%。

36. 如权利要求 29 所述的制造方法,其特征在于,所述滑石的 XRD 滑石形貌指数为 0.6-1.0。

37. 如权利要求 36 所述的制造方法,其特征在于,所述滑石的 XRD 滑石形貌指数至少为 0.85。

38. 如权利要求 29 所述的制造方法,其特征在于,所述多孔陶瓷堇青石蜂窝体制品在至少一个方向的  $CTE \leq 8 \times 10^{-7} / ^\circ C$ 。

39. 如权利要求 38 所述的制造方法,其特征在于,在至少一个方向的  $CTE \leq 5 \times 10^{-7} / ^\circ C$ 。

40. 如权利要求 29 所述的制造方法,其特征在于,所述多孔陶瓷堇青石蜂窝体制品满足以下性质:

$M_A < 2000$ , 或

$M_T > 2900$ 。

41. 如权利要求 29 所述的制造方法,其特征在于,所述多孔陶瓷堇青石蜂窝体制品满足以下性质:

$d_{90} \leq 33 \mu m$ 。

42. 如权利要求 29 所述的制造方法,其特征在于,所述氧化铝形成源选自刚玉、过渡型氧化铝、 $\gamma$ -氧化铝、 $\rho$ -氧化铝、勃姆石、水铝石和三水铝石。

## 具有提高的强度的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品及其制造方法

### [0001] 发明的技术领域

[0002] 本发明涉及一种多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品及其制造方法。更具体来说,本发明涉及具有改进的强度和抗热冲击性的堇青石蜂窝体制品。

### [0003] 发明背景

[0004] 相对于汽油发动机,柴油发动机能够产生较少的排放物,提高燃料经济性,但是柴油发动机的废气排放带来了环境问题。目前人们配制柴油机颗粒过滤器控制柴油动力设备(例如卡车、公交车、柴油电力机车和柴油发电机)的颗粒排放。具体来说,柴油机颗粒过滤器通过将颗粒物理俘获在其结构中而控制颗粒排放。柴油颗粒过滤器优选构建成壁流整体料形式,其允许废气流过它们多孔的陶瓷壁,废气中包含的任意颗粒都被收集在壁的上游侧。一旦满足预定的条件,可以通过再生循环对过滤器进行清洁,在此过程中废气的温度足够高,足以引燃并烧尽任意的颗粒烟灰。该再生循环减小了邻近该新过滤器的柴油机颗粒过滤器的背压。所述壁的表面或者壁多孔的内部可包含催化剂外涂层,所述外涂层包含铂(Pt)、钯(Pd)、铁(Fe)、锶(Sr)或稀土元素(例如铈(Ce))以降低过滤器再生所需的温度,将废气中的烃类和一氧化碳转化为无害的水蒸气和二氧化碳。

[0005] 一种优选的制造高温部件的材料是堇青石( $Mg_2Al_4Si_5O_{18}$ ),一种硅酸铝镁,其经常包含少量的铁或其它杂质。堇青石因为较为廉价而成为制造柴油机颗粒过滤器和其它高温制品(例如催化转化器、NO<sub>x</sub>吸附器基材、催化剂基材、以及蜂窝体(honeycomb)制品)所需的材料。堇青石材料通常是通过混合包含滑石、氧化铝、氢氧化铝、高岭土和二氧化硅的原料批料而制备的。然后将所述批料于粘合剂(例如甲基纤维素)和润滑剂(例如硬脂酸钠)混合形成塑料混合物。然后该塑料混合物成形制成生坯,然后进行煅烧。康宁有限公司在美国专利第6,864,198号(其全文参考结合入本文中)揭示了一种形成堇青石蜂窝体结构的方法。

[0006] 在堇青石DPF再生过程中,对芯区的加热在过滤器的半径上产生了很大的热梯度,例如芯可为800-1000℃,外皮附近的外围区域为400-500℃。由于堇青石在400-1000℃范围内正的热膨胀系数CTE,所述过滤器的芯沿轴向膨胀的程度大于过滤器外壳的膨胀。因此在外皮和芯之间产生应变,湿的芯受到压缩,外皮受到张力。如果应力足够大,外皮可能会破裂,沿着垂直于轴向的方向,产生部分或完全围绕过滤器圆周的一条或更多条裂纹。类似地,沿过滤器长度的轴向热梯度会造成过滤器的面(进口端或出口端)的温度低于过滤器内部。在这样的情况下,面会受到张力作用,可能会产生面裂纹。任意种类的破裂都可能会降低过滤器的机械整体性,或者过滤效率。因此,人们非常需要对这种裂纹的形成具有更高耐受性的堇青石过滤器制品。

[0007] 可以通过在累积大量烟灰之前更频繁地对过滤器进行再生,从而减小最高内部温度和热梯度,以减小热应力。但是,如果提高了提供能量以升高进入过滤器的废气的温度、从而引发再生的频率。却会造成燃料效率较低。因此,人们非常需要提高过滤器本身的耐热应力性,从而减小再生循环的频率。

[0008] 因此,人们在极力寻求具有提高的强度(以获得更高的机械耐久性)以及更高的抗热冲击性的堇青石蜂窝体制品。但是,这种强度和抗热冲击性的提高不能降低其它重要的性质,例如清洁(clean)压降和过滤效率。因此,人们需要具有提高的强度和在经受热循环时的耐久性的堇青石制品。

#### [0009] 发明内容

[0010] 本发明提供了一种改进的多孔陶瓷堇青石蜂窝体制品,对于特定的孔隙百分数、孔径分布和热膨胀系数,所述制品具有提高的机械强度和抗热冲击性。本文还揭示了本发明多孔陶瓷堇青石蜂窝体制品及其制造方法。

[0011] 较佳的是,本发明包括减少的微裂,同时增大负-CTE晶体“c轴在蜂窝体壁的平面内对齐的堇青石晶体的体积分数,减小正-CTE晶体“a-轴或b-轴”在蜂窝体壁的平面内对齐的堇青石晶体的体积分数。因此,人们希望增大蜂窝体制品的强度,以减少微裂,同时通过提高堇青石晶体的取向性,更多地使得其“c轴”平行于壁平面地取向,从而保持低CTE。

[0012] 因此,本发明提供了以下性质的独特组合,从而在提高强度的同时,保持高的热冲击参数TSP:孔隙率、孔径分布、热膨胀系数、在制品壁内的晶体取向。具体来说,本发明的发明人发现,当多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品的孔隙率、孔径分布、CTE以及在壁内的晶体取向满足以下关系的时候,所述制品具有改进的强度和高的热冲击参数TSP:

[0013]  $M_A < 2220$ ,

[0014] 或者  $M_T > 2660$ , 其中

[0015]  $M_A = 3645(I_A) - 106(CTE) + 19(d_{90}) + 17(\% \text{孔隙率})$  (公式1)

[0016]  $M_T = 4711(I_T) + 116(CTE) - 26(d_{90}) - 28(\% \text{孔隙率})$  (公式2)

[0017] 其中在至少一个方向上25-800°C的平均CTE不大于  $9 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 。

[0018] 在上面的公式1和2中,CTE是通过膨胀测定法,在平行于蜂窝体制品孔道的长度的试样上测量的在25-800°C范围内的热膨胀系数,其单位为  $10^{-7}/^\circ\text{C}$ 。因此,在公式1和公式2中,等于  $8.0 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}^{-1}$ 的CTE将记作“8.0”。%孔隙率是通过水银孔隙率法测得的制品壁之内的孔隙率百分数,原则上来说可为0至约为100(但是通常最高仅约为80%),是一个无量纲的值。因此,在公式1和公式2中,将等于45%的%孔隙率写作“45”。术语  $d_{90}$  是水银孔隙率法测量的,表示满足以下性质的孔径,其单位为微米:90体积%的孔的孔径小于该孔径(相当于累积水银进入体积等于总水银进入体积的10%时的孔径)。例如,在公式1和公式2中,等于30微米的  $d_{90}$  将记作“30”。 $I_A$  是轴向XRD I-比值(在蜂窝体的轴向截面上测得的I-比值), $I_T$  是横向XRD I-比值(在横向上的,这样烧制的比表面上测得的I-比值)。I-比值通过以下关系式定义:

[0019]  $I(110)/[I(110)+I(002)]$  (公式3)

[0020] 其中I(110)和I(002)是从堇青石晶格中(110)面和(002)面的XRD衍射的峰高,所述峰高是基于XRD峰的六方晶胞指标化获得的。所述I-比值是通过使用铜K $\alpha$ 辐射、在轴向截面(垂直于孔道长度)或横截面(这样烧制的蜂窝体的壁)上,通过X射线衍射测定。 $I_A$ 和 $I_T$ 的值可为0.0-1.0,是无量纲的。

[0021] 根据本发明优选的实施方式,所述多孔蜂窝体制品的孔隙率至少为40%,但是小于54%,中值孔径  $d_{50} \geq 10 \mu\text{m}$ ;更优选  $d_{50} \geq 13 \mu\text{m}$ 。中值孔径  $d_{50}$  是满足以下性质的孔径:此时累积的水银进入体积等于总水银进入体积的50%。根据本发明的另一个实施方式, $M_A$

< 2000 或者  $M_T > 2900$  ;甚至  $M_A < 1800$  或  $M_T > 3000$  ;在一些实施方式中,  $M_A < 2000$  且  $M_T > 2800$ 。

[0022] 另外,本发明的蜂窝体制品还可具有至少为 550°C 的热冲击参数 TSP,所述 TSP 通过以下关系式定义:

[0023]  $TSP = MOR(25^\circ C) / \{ [E(25^\circ C)] [CTE'(500-900^\circ C)] \}$  (公式 4)

[0024] 其中 MOR 是断裂模量,通过四点负荷法,在平行于孔道长度(下文称为“轴向”)切割的 1 英寸 × 0.5 英寸 × 5 英寸的棒上、在室温 (25°C) 下测量的,E 是弹性模量,也称为杨氏模量,其是在室温 (°C) 下,通过声音共振技术,在 1 英寸 × 0.5 英寸 × 5 英寸的棒上,沿轴向测量的,CTE' 是在 0.25 英寸 × 0.25 英寸 × 2 英寸的棒上,通过膨胀测定法,在 500-900°C 的温度范围内加热,沿轴向测量的平均热膨胀系数。在公式 4 中,将等于  $8 \times 10^{-7}/^\circ C$  的 CTE' 记作“ $8 \times 10^{-7}/^\circ C$ ”,在公式 4 中将等于  $1.2 \times 10^6$  psi 的弹性模量记作“ $1.2 \times 10^6$ ”,在公式 4 中将等于 1000psi 的 MOR 记作“1000”。

[0025] 根据本发明的另一个方面,描述了一种制造堇青石蜂窝体制品的方法。所述方法优选包括制备以下组分的无机原料批料混合物:滑石、氧化铝形成源,二氧化硅形成源,以及 0-18 重量%的高岭土或煅烧高岭土,其中细高岭土源的用量小于 8 重量%,或者当细高岭土的含量大于 8 重量%的时候,在 1200-1300°C 的加热速率不大于 20°C / 小时。换言之,如果在 1200-1300°C 的温度范围内,加热速率足够低,则更高重量%的细高岭土也是可行的,仍可获得所需的最终性质。所述无机原料批料混合物可通过包括以下的任意已知技术成形制成蜂窝体制品,或者通过其它方式用于蜂窝体制品:刮涂法(doctor blading),喷涂法,带材浇铸法,压延(calendering),涂漆或挤出。所述原料混合物还可用于蜂窝体陶瓷制品上的涂层、塞块或外皮,可以通过挤出形成蜂窝体制品。完成的蜂窝体制品优选通过在一定温度下烧制一定的时间,所述时间足以形成具有高百分含量的堇青石的陶瓷。

[0026] 本发明的蜂窝体制品可以且最优选用作高温蜂窝体制品,例如柴油机颗粒过滤器,催化转化器,NO<sub>x</sub> 吸附器,催化剂基材,或者用于高温流体或其它高温应用的流动过滤器主体。

[0027] 附图简述

[0028] 图 1 显示了根据本发明 MOR 值 (psi) 与使用公式 2 计算的“ $M_T$ ”参数的曲线图。

[0029] 图 2 显示了根据本发明, MOR 值与使用公式 1 计算的“ $M_A$ ”参数的曲线图。

[0030] 图 3 显示了根据本发明, CTE ( $10^{-7}/^\circ C$ ) 与横向 I- 比值  $I_T$  的图。

[0031] 图 4 显示了根据本发明, CTE ( $10^{-7}/^\circ C$ ) 与轴向 I- 比值  $I_A$  的图。

[0032] 图 5 显示了发明实施例 7 以及比较例 C3 的弹性模量 (E) (单位为 psi) 随温度升高的变化函数。

[0033] 图 6 是例如根据本发明不使用细高岭土的实施方式、以及根据比较例使用 16% 细高岭土的情况下,计算的热冲击参数 TSP (°C) 与 CTE ( $10^{-7}/^\circ C$ ) 的曲线图。

[0034] 图 7 是根据本发明一个示例性实施方式的蜂窝体壁流颗粒过滤器制品的立体图。

[0035] 图 8 是根据本发明实施方式的“ $M_T$ ”参数与“ $M_A$ ”参数的曲线图。

[0036] 图 9 是根据本发明实施方式的有孔道的棒的 MOR 与无孔道的棒的 MOR 的曲线图。

[0037] 本发明优选实施方式的详述

[0038] 本发明涉及具有改进的材料强度和低 CTE 的改进的多孔陶瓷堇青石制品。在本文

中,除非另外说明,CTE表示通过膨胀测定法,平行于孔道的长度(轴向)测量的平均热膨胀系数(25-800°C)。本发明人发现,主要是由于减少了制品中的微裂造成强度的增大,主要是由于堇青石晶体的对齐造成了低的CTE。这两种效果同时完成。

[0039] 具体来说,本发明的堇青石蜂窝体制品优选表现出堇青石晶体的c-轴在蜂窝体制品壁的平面内对齐的增加。堇青石晶体的c轴具有负的CTE,通过对齐c-轴,本发明在堇青石制品中任意平行于壁平面的方向上提供了低的CTE。已经发现通过从原料混合物中减少或除去高岭土,特别是任意细的高岭土,可以提高堇青石晶体与蜂窝体壁的平面对齐的程度,提高完成的(烧制后的)制品的轴向CTE(即蜂窝体轴向上的CTE)。已经发现通过从原料混合物中减少或除去细高岭土,可以减少烧制的制品中微裂的量。通过减少微裂可以提高烧制制品的CTE,但是也会增大断裂模量和弹性模量。

[0040] 当用于发生显著振动的应用(例如流过型催化转化器或壁流式柴油机颗粒过滤器)的时候,堇青石蜂窝体制品的强度对于抗热冲击性以及长期机械耐久性(抗机械破坏的能力)是很重要的。所述蜂窝体制品壁的固有强度也受到主题中孔隙率的程度以及最大的孔的体积百分数以及微裂程度的限制。

[0041] 已经发现,当某些可测量的微结构性质的数值处于特定范围内的时候,可以提高蜂窝体的强度,同时不会牺牲热膨胀系数,且抗热冲击性会得以保持甚至会提高。当所述蜂窝体制品用作颗粒过滤器的时候,这种特性是特别重要的,因为人们需要大于40%的孔隙率以便在过滤器中得到低的压降,高的孔隙率容易减小蜂窝体的强度。因此,孔隙率优选应小于54%。尽管可采用许多种中值孔径,但是最优化的中值孔径 $d_{50}$ 优选满足 $10\mu\text{m} \leq d_{50} \leq 25\mu\text{m}$ ,这样可以提供压降和颗粒过滤之间的平衡。当中值孔径约低于10微米的时候,使携带有颗粒的气体通过壁所需的压力会升高,会影响内燃机的操作。当中值孔径约大于25微米的时候,颗粒会通过过滤器,降低过滤效率。

[0042] 图1显示了从具有大约200孔道/英寸<sup>2</sup>和约0.020英寸厚壁“200/20”的蜂窝体制品上沿平行于孔道的方向切下的棒测得的断裂模量(MOR)(单位为psi)与“ $M_T$ ”参数的值的曲线图。“ $M_T$ ”参数是如上面方程2所述,根据本发明由CTE、横向I-比值( $I_T$ )、%孔隙率和 $d_{90}$ 孔径计算的。本发明的蜂窝体陶瓷制品的计算的“ $M_T$ ”参数优选大于2660,使得200/20堇青石蜂窝体制品的MOR大于850psi(填充循环(filled circles))。比较例的计算的“ $M_T$ ”参数值小于2660,通常200/20蜂窝体的MOR值小于850psi(开放循环)。

[0043] 图2显示了从具有大约200孔道/英寸<sup>2</sup>和约0.020英寸厚壁“200/20”的蜂窝体制品上沿平行于孔道的方向切下的棒测得的断裂模量(MOR)(单位为psi)与“ $M_A$ ”参数值的曲线图。“ $M_A$ ”参数值是如上面的公式1所述由CTE、轴I-比值( $I_A$ )、%孔隙率和 $d_{90}$ 孔径计算的。本发明的制品计算得到的“ $M_A$ ”参数优选小于2220,使得200/20堇青石蜂窝体制品的MOR优选大于850psi(填充循环)。比较实施例计算的“ $M_A$ ”参数大于2220,通常200/20蜂窝体的MOR值小于850psi(开放循环)。

[0044] 图3显示了本发明和比较的堇青石蜂窝体(其 $d_{90}$ 小于 $33\mu\text{m}$ ,孔隙率小于54%)沿轴向在25-800°C范围内的平均CTE(单位为 $10^{-7}/^\circ\text{C}$ )与相同制品的横向I-比值( $I_T$ )的曲线图。本发明的制品(填充循环)的“ $M_T$ ”值大于2660,优选200/20轴向样品的MOR大于850psi,比较例(开放循环)的“ $M_T$ ”值小于2660,通常200/20轴向样品的MOR小于850psi。将这两组分开的斜线由公式 $\text{CTE} = 40.0 - 40.6(I_T)$ 给出。应当认识到对于特定的CTE,本发

明的实施例具有更高层次的 c 轴在壁平面内的晶体取向 (更高的  $I_T$ )。更高层次的取向 (更高的  $I_T$ ) 本身具有降低 CTE 的效果。因为 CTE 会被晶体取向和微裂所影响, 如果本发明的制品具有与比较制品相同的 CTE, 但是前者的取向程度更高, 则本发明的制品较低程度的微裂以补偿 CTE 的减小, 否则这种 CTE 的减小会由于较佳的取向而产生。因此, 对于特定的横向 I- 比值 ( $I_T$ ), 较高的 CTE 预示着较少的微裂。类似地, 对于特定的 CTE, 较高的横向 I- 比值 ( $I_T$ ) 预示着较少的微裂。人们需要较少的微裂, 这样会制得具有更高强度的制品。

[0045] 图 4 显示了本发明的和比较的堇青石蜂窝体制品 (其  $d_{90}$  小于 33 微米, 孔隙率 < 54%) 在 25-800°C 范围内沿轴向的平均 CTE (单位为  $10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ ) 与相同制品的轴向 I- 比值 ( $I_A$ ) 之间的取向图。本发明的主体 (填充的循环) 的“ $M_A$ ”值小于 2220, 优选 200/20 轴向试样的 MOR 大于 850psi, 比较样品 (开放循环) 的“ $M_A$ ”值大于 2220, 优选 200/20 轴向试样的 MOR 小于 850psi。划分这两个组的斜切线通过公式  $\text{CTE} = 34.4(I_A) - 8.7$  给出。在特定 CTE 下, 与比较例相比, 本发明的实施例具有更高层次的 c 轴在壁平面内的晶体取向, 导致较低的  $I_A$ 。对于特定的轴向 I- 比值, 较高的 CTE 预示着较小的微裂。对于特定的 CTE, 较低的轴向 I- 比值预示着较少的微裂, 因此具有更高的强度。

[0046] 图 5 显示了对于发明实施例 7 (实曲线) 和比较例 C3 (虚曲线) 通过声音共振技术测量的沿平行于孔道方向从 200/20 试样上切下的棒的弹性模量 E (单位为 psi) 随温度升高 (单位为  $^{\circ}\text{C}$ ) 的变化函数。在 25-1000°C 范围内, 弹性模量 E 增大的程度与陶瓷制品中微裂的量成比例。弹性模量 E 随温度增大的较小, 说明实施例 7 的微裂程度小于比较例。因此其具有更高的强度。

[0047] 图 6 是对于不使用高岭土制备的发明实施例 (填充循环) 和用 16% 的细高岭土制备的比较例 (开放循环), 计算的热冲击参数 TSP (单位为  $^{\circ}\text{C}$ ) 相对于 25-800°C 的平均 CTE (单位为  $10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ ) 的曲线图。热冲击参数 (TSP) 如公式 4 定义。TSP 是制品对热循环带来的温度梯度造成的破坏 (裂缝) 的耐受能力。较高的 TSP 是有益的。该曲线说明, 在特定 CTE 下, 不存在细高岭土源的时候, 能够提高热冲击参数、TSP。因此, 这种包含少量细高岭土的本发明实施例会制得对于特定 CTE 具有较高 TSP 的蜂窝体制品, 从而在使用中经历热循环的时候, 能够提供最佳的抗裂纹能力。图 6 所示的曲线对应于公式  $\text{TSP} = 7.3 \times 10^3 / [\text{CTE}(25-800^{\circ}\text{C}) + 7.23]$ , 其中  $\text{CTE}(25-800^{\circ}\text{C})$  的单位为  $10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ 。本发明蜂窝体制品的发明样品的 TSP 值优选  $\geq 7.3 \times 10^3 / [\text{CTE}(25-800^{\circ}\text{C}) + 7.23]$ 。

[0048] 图 7 是根据本发明的蜂窝体结构形成的蜂窝体壁流颗粒过滤器 100 的示意图。所述蜂窝体过滤器制品 100 由主体 101 组成, 该主体 101 具有进口端 102, 出口端 104, 以及在所述进口端 102 和出口端 104 之间平行延伸的大量孔道 108, 110。在进口端 102 和出口端 104 上设置交替的塞块 112 的图案, 使得废气流过孔道 108、110 的多孔壁 106。所述蜂窝体过滤器制品 100 可形成有任意的孔道密度, 通常为 100-300 孔道 / 英寸<sup>2</sup> (15.5-46.5 孔道 / 厘米<sup>2</sup>) 和任意的壁厚度, 例如通常为 0.01-0.03 英寸 (254-762  $\mu\text{m}$ )。出于本申请的目的, 术语蜂窝体包括大体具有蜂窝体结构的材料, 但是不限于六方结构; 例如可使用三角形、正方形、矩形、圆形、它们的组合或任意其它合适的通道形状。

[0049] 图 8 是对于发明实施例和比较例的  $M_T$  参数与  $M_A$  参数的曲线图, 所述发明实施例制备时细高岭土的用量不大于 8%, 或者细高岭土用量约为 16%, 而且在 1200-1300°C 的烧制速率不大于 20°C / 小时, 比较例制备时细高岭土的用量至少为 16%, 且在 1200-1300°C 的加

热速率大于 20°C / 小时, 或者比较例制备时不使用细高岭土, 但是具有过粗的孔径或高孔隙率。

[0050] 图 9 是对于发明实施例和比较实施例, 约 200/20 多孔试样的 MOR (单位为 psi) 相对于非多孔棒的 MOR (单位为 psi) 的曲线图。可以看到, 相对于现有技术, 两个强度测量值都获得提高。较高的 MOR 强度是有益的, 因为这有助于提高外壳封装强度、整体的疲劳强度和对于接触各种振动环境造成的裂纹的耐受性。

[0051] 如图 1-6 和 8-9 所示, 本发明的多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品的  $M_A < 2220$  (根据公式 1), 或者  $M_T > 2660$  (根据公式 2), 而且在至少一个方向上的 25-800°C 的平均 CTE 不大于  $9 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ 。这种制品具有改进的强度, 同时保持高抗热冲击性, 特别适于用作蜂窝体柴油机颗粒过滤器。根据本发明的某些实施方式, 所述堇青石蜂窝体制品的 % 孔隙率优选至少为 40%, 但是小于 54%, 中值孔径  $d_{50} \geq 10$  微米; 平均 CTE (25-800°C)  $\leq 9 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ ; 其能够满足以下两种关系式中的至少一种:  $M_A < 2220$  (根据公式 1), 或者  $M_T > 2660$  (根据公式 2)。根据本发明的其它实施方式, 所述中值孔径至少为 13 微米, 以获得低的压降。较佳的是, 所述蜂窝体制品同时满足  $M_A < 2220$  和  $M_T > 2660$ , 在一些实施方式中, 同时满足  $M_A < 2000$  和  $M_T > 2800$ 。这些实施方式中的某一些满足  $M_A < 2000$  或  $M_T > 2900$ 。其它优选的实施方式满足  $M_A < 1800$  或  $M_T > 3000$ 。

[0052] 200/20 蜂窝体制品的对应于  $MOR > 850\text{psi}$  的  $M_A < 2220$  或  $M_T > 2660$  的数值示于图 1 和图 2。认识到对于任意的孔道几何结构, 满足  $M_A < 2220$  或  $M_T > 2660$  的主体的 MOR 将大于任意对于相同孔道几何结构不满足  $M_A < 2220$  或  $M_T > 2660$  的制品。因此, 本发明不仅限于孔道几何结构, 包括所有满足  $M_A < 2220$  或  $M_T > 2660$  的堇青石制品, 而不考虑孔道形状、孔道密度或壁厚度。

[0053] 在一个优选的实施方式中, 本发明是高强度堇青石蜂窝体制品, 其中在 25-80°C、沿轴向的热膨胀系数 (CTE, 单位为  $10^{-7}/^\circ\text{C}$ ) 大于  $[34.4(I_A) - 8.7]$  所定义的量, 但是 25-800°C 的 CTE 仍不大于  $9 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 。

[0054] 另外, 在优选的实施方式中, 本发明是一种高强度堇青石蜂窝体制品, 其中在 25-800°C、沿轴向的热膨胀系数 CTE (单位为  $10^{-7}/^\circ\text{C}$ ) 大于  $[40.0 - 40.6(I_T)]$  所限定的量, 但是仍不大于  $9 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 。对于轴向和横向 I- 比值 ( $I_A$  和  $I_T$ ) 的 CTE 限制能够确保较低程度的微裂, 提高 MOR, 同时保持高热冲击参数 TSP。根据本发明的其它实施方式,  $CTE \leq 8 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ , 更优选  $CTE \leq 5 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}^{-1}$ 。还优选  $I_A$  小于 0.40; 更优选不大于 0.35, 或者  $I_T$  大于 0.86; 更优选至少为 0.90。

[0055] 所述制品的中值孔径  $d_{50}$  优选大于或等于 10 微米, 以获得低的清洁压降, 优选小于或等于 25 微米, 以获得高的过滤效率, 即  $10 \text{ 微米} \leq d_{50} \leq 25 \text{ 微米}$ 。所述  $d_{50}$  的值更优选满足  $12 \text{ 微米} \leq d_{50} \leq 22 \text{ 微米}$ ; 最优选满足  $14 \text{ 微米} \leq d_{50} \leq 20 \text{ 微米}$ 。优选通过减小大孔的体积分数以使得蜂窝体制品具有低的  $d_{90}$  孔径, 满足  $d_{90} \leq 40$  微米, 以获得更高的强度; 更优选  $d_{90} \leq 33$  微米, 更优选  $d_{90} \leq 30$  微米; 在一些实施方式中  $d_{90} \leq 25$  微米。孔径分布优选很窄, 用所谓的“d- 因子”的数值表示 ( $d_f = (d_{50} - d_{10}) / d_{50}$ ), 优选  $d_f \leq 0.60$ , 以获得低的烟灰-加载压降; 更优选  $d_f \leq 0.50$ ; 更优选  $d_f \leq 0.40$ ; 更优选  $d_f \leq 0.36$ 。这提供了低的总体烟灰-加载压降。特别优选  $d_f \leq 0.40$ , % 孔隙率大于或等于 48% 且小于 54%。

[0056] 另外, 优选蜂窝体在 1000°C 的弹性模量  $E'$  与 25°C 下的弹性模量  $E$  之比  $E_R$  (即

$E'$  (1000°C)/ $E$ (25°C)) 小于 1.20;更优选小于 1.10,这也说明低的微裂程度。较佳的是,200/20 孔道结合结构中的蜂窝体在 25°C 的弹性模量小于  $1.3 \times 10^6$ psi;更优选小于  $1.2 \times 10^6$ psi。上述弹性模量 ( $E, E'$ ) 通过声音相应测量。

[0057] 其它优选的实施方式包括堇青石蜂窝体制品,其中在大约 25°C 下的 MOR/ $E$  比值(应变与破坏的比值)至少为 0.073%;更优选至少为 0.080%;更优选至少为 0.090%。该制品中的结果是具有更高的抗裂性,同时能够耐受热循环。

[0058] 还优选所述制品的热冲击残株 TSP(如公式 4 定义)满足关系式  $TSP > 7.3 \times 10^{-3} / [CTE(25-800^\circ C) + 7.23]$ ,其中 CTE(25-800°C) 的单位为  $10^{-7}/^\circ C$ 。优选  $TSP \geq 550^\circ C$ ;更优选  $TSP > 700^\circ C$ ;在一些实施方式中  $TSP > 800^\circ C$ 。

[0059] 在本发明的一些具体实施方式中,当主体的堆积密度为 0.60-0.70 克/厘米<sup>3</sup>的时候,所述堇青石蜂窝体制品的轴向 MOR 大于 850psi。具有以下性质的制品可表现出这种堆积密度,例如:孔隙率约为 45-52%,孔道密度约为 200 孔道/英寸<sup>2</sup>,壁厚度约为 0.020 英寸。

[0060] 根据本发明其它优选的实施方式,例如满足  $M_A < 1800$  或  $M_T > 3000$  的蜂窝体制品具有极佳的抗热冲击性和强度(见表 2-9)。另外,某些实施方式表现出作为具有极佳强度和抗热冲击性的制品示例性例子的性质的组合。例如,本发明的这些实施方式(见表 2-9)具有以下性质的组合:%孔隙率  $\leq 52\%$ ,  $d_{90} \leq 29$  微米,  $I_A \leq 0.33$ ,在至少一个方向上  $CTE \leq 8 \times 10^{-7}/^\circ C$  (25-800°C),且  $d_{50} \geq 10$  微米。

[0061] 另外,某些蜂窝体实施方式(见表 2-9)具有颗粒过滤器中所需的其它性质的组合,例如%孔隙率至少为 44%且不大于 53%, $10 \text{ 微米} \leq d_{50} \leq 20 \text{ 微米}$ ,  $d_{90} \leq 33$  微米,  $(d_{50}-d_{10})/d_{50} \leq 0.55$ ,在至少一个方向上  $CTE \leq 8 \times 10^{-7}/^\circ C$  (25-800°C)(甚至  $CTE \leq 6 \times 10^{-7}/^\circ C$ )。这种过滤器制品具有低的清洁背压和烟灰-加载的背压,以及极佳的强度和抗热冲击性。

[0062] 本发明多孔堇青石陶瓷蜂窝体制品的其它实施方式(见表 2-9)满足:%孔隙率至少为 46%且不大于 53%, $12 \text{ 微米} \leq d_{50} \leq 19 \text{ 微米}$ ,  $d_{90} \leq 30 \text{ 微米}$ ,  $(d_{50}-d_{10})/d_{50} \leq 0.50$ ,且在至少一个方向上  $CTE \leq 8 \times 10^{-7}/^\circ C$  (25-800°C)。这些实施方式表现出良好的清洁压降和加载烟灰的压降,以及良好的强度和抗热冲击性。某些这样的实施方式表现出极低的  $d$ -因子,其中  $(d_{50}-d_{10})/d_{50} \leq 0.40$ (见表 2-9),从而提供极低的清洁压降。

[0063] 本发明还提供了制造高强度含堇青石蜂窝体制品的方法即所用批料,所述制品的 CTE 不大于  $9 \times 10^{-7}/^\circ C$ ,且  $M_A < 2220$  或  $M_T > 2660$ (优选  $M_A < 2220$  且  $M_T > 2660$ )。该方法包括将无机原料与加工助剂和任选的成孔剂混合,形成增塑的批料混合物,用所述增塑的批料混合物成形制成蜂窝体结构,然后对所述蜂窝体结构进行烧制,以形成根据本发明实施方式的蜂窝体制品。根据本发明的实施方式,只有使用这样多的成孔剂才能制得孔隙率小于 54%的烧制的蜂窝体制品。有限的孔隙率可以获得更高的强度。

[0064] 无机原料包括滑石(优选片状滑石),氧化铝形成源,二氧化硅形成源,0-18%的高岭土或煅烧高岭土。最重要的是,所述无机原料混合物优选包含极少的细高岭土源或不含细高岭土源(在本文中定义为中值粒径小于 7 微米)。如果包含细高岭土源,优选其含量小于批料无机材料的 8 重量%;更优选不大于 4 重量%;更优选不大于 2 重量%。在一些实施方式中,所述批料完全不含细高岭土。当所述批料包含大于 8%的细高岭土的时候,

1200-1300℃下的平均加热速率不大于 20℃ / 小时, 优选不大于 10℃ / 小时, 氧化铝形成源的重均中值粒径不小于 5 μ m。两种温度之间的平均加热速率定义为两种温度的温度差除以炉温处于这两种温度之间的时间。在一些实施方式中, 所述批料完全不含任意高岭土或煅烧的高岭土。本文中所有的粒径都是基于使用粒度分析仪 (例如 FRA9200 型或 S3000 型微卓克 (Microtrac) 颗粒分析仪 (微卓克有限公司生产 (products of Microtrac Inc.))), 通过激光衍射法对粉末在液体 (例如水、异丙醇或其混合物) 中的悬浮体测得的颗粒体积分布。所述中值粒径表示以累积体积为基准计, 50% 的颗粒具有小于中值该粒径的直径, 50% 的颗粒具有大于该中值粒径的直径。

[0065] 所述氧化铝形成源的含量优选约为 34-38 重量%。氧化铝形成源的重均中值粒径优选至少为 5 μ m, 在一些实施方式中至少为 6 μ m。所述氧化铝形成源的重均中值粒径定义为:

[0066]

$$d_{50}(\text{Al}_2\text{O}_3\text{-形成源}) = \frac{(W_{\text{Al-1}})(d_{50,\text{Al-1}}) + (W_{\text{Al-2}})(d_{50,\text{Al-2}}) + \dots + (W_{\text{Al-n}})(d_{50,\text{Al-n}})}{(W_{\text{Al-1}}) + (W_{\text{Al-2}}) + \dots + (W_{\text{Al-n}})}$$

[0067] 其中 W 是原料混合物中各氧化铝形成源的重重量百分数,  $d_{50}$  是各氧化铝形成源的中值粒径, Al-1, Al-2, ... Al-n 表示用于混合物中的各氧化铝形成源。氧化铝形成源是能够在加热的时候形成  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的化合物, 包括例如刚玉、过渡型氧化铝, 例如  $\gamma$ -氧化铝和  $\rho$ -氧化铝, 勃姆石, 水铝石和三水铝矿。在一些优选的实施方式中, 所述氧化铝形成源包括高可分散性的粉末, 例如勃姆石, 其中值粒径小于 1 微米, 优选小于 0.5 微米, 更优选小于 0.2 微米, 其含量不大于无机原料的 10 重量%。

[0068] 所述二氧化硅形成源包括但不限于石英、方晶石、隐晶质二氧化硅、非晶体二氧化硅 (例如热解法二氧化硅) 和硅藻土二氧化硅, 以及它们的组合。最优选的是石英或隐晶质二氧化硅。所述二氧化硅形成源的含量优选为 10-24 重量%, 优选中值孔径至少为 10 微米; 更优选至少为 20 微米。最优选所述二氧化硅源的中值粒径小于 35 微米。

[0069] 优选的滑石的中值粒径约大于 15 微米, 优选约大于 20 微米, 但是优选中值粒径小于 35 微米。所述滑石源或二氧化硅形成源的中值粒径至少为 7 微米。滑石的用量优选占无机材料总量的 38-42 重量%。所述滑石的 XRD 滑石形貌指数优选例如为 0.6-1.0。所述滑石形貌指数更优选至少为 0.85。所述 XRD 滑石形貌指数的数值可为 0.0-1.0, 与滑石颗粒的纵横比或片状特征成比例。具有片状形态极为显著的几何结构的滑石将具有高的形貌指数。滑石形貌指数是通过 X 射线衍射在滑石粉末上测定的, 所述滑石粉末被堆叠在 X 射线衍射样品支架中, 以使得滑石在样品支架平面内的取向最大化, 关于此内容可参见美国专利第 5, 258, 150 号所述。XRD 滑石形貌指数 M 通过以下关系式定义:

[0070]  $M = I(004) / [I(004) + I(020)]$

[0071] 其中 I(004) 和 I(020) 是通过 Cu K $\alpha$  测量测定的 (004) 和 (020) 衍射的 x-射线强度。

[0072] 所述原料混合物还包含成形助剂, 还可任选包含成孔剂。所述成形助剂包括赋形剂, 例如水, 粘合剂, 例如甲基纤维素材料, 以及润滑剂, 例如硬脂酸钠。如果使用成孔剂的话, 其提供的量仅需要足以确保烧制的蜂窝体制品的孔隙率至少为 40% 且小于 54%。需要无机原料中成孔剂的含量约小于 20 重量%, 以满足孔隙率的水平。优选的成孔剂包括石

墨、马铃薯淀粉和聚乙烯珠粒。

[0073] 然后将干组分与赋形剂（例如水）混合，在优选的不锈钢碾碎机或双臂混合器或螺杆式混合器中捏合，形成可挤出的塑料批料混合物。然后所述塑料批料混合物优选如美国专利第 5, 205, 991 号所述，通过挤出制成生坯。在进行挤出的时候，将所述多孔蜂窝体生坯切割成圆段长度（log length）。任选地，所述蜂窝体生坯在合适的常规 RF 或微波干燥器设备中干燥，然后切割成合适的最终部件长度。

[0074] 所述蜂窝体制品在合适的炉内烧制。所述制品优选在约 1390-1440°C 的最高保持温度下烧制 4-40 小时，以形成主要包含堇青石相的主体，优选其包含至少 92% 的堇青石。更优选的是，所述制品通过在 1415-1435°C 烧制 12-35 小时而形成。

[0075] 当所述原料组合包含小于 8 重量%的细高岭土源的时候，所述高岭土源的中值粒径大于 10 微米，所述二氧化硅源的中值粒径小于 8 微米，1300-1390°C 的加热速率不小于 20°C / 小时，当滑石源的中值粒径小于 10 微米的时候，在 1300-1390°C 的加热速率不应小于 40°C / 小时。

[0076] 当时，当原料组合包含大于 8 重量%的细高岭土源的时候，在 1200-1300°C 的平均加热速率应不大于 20°C / 小时；更优选不大于 15°C / 小时；最优选不大于 10°C / 小时。当滑石源的中值粒径大于 10 微米且二氧化硅源的中值粒径 小于 8 微米的时候，在 1300-1390°C 的加热速率不应小于 20°C / 小时，且滑石源的中值粒径小于 10 微米，1300-1390°C 的加热速率不应小于 40°C / 小时。

#### [0077] 实施例

[0078] 用于本发明实施例的原料列于表 1，其中提供了如上所述使用微卓克颗粒分析仪测量的原料粉末的中值粒径。2 英寸和 5.66 英寸直径挤出的发明实施例和比较例具有约 200 孔 / 英寸<sup>2</sup> 和约 0.020- 英寸的壁，见表 2-18。所有的实施例批料包含 4-6% 的甲基纤维素粘合剂，以及 0.5-1% 的硬脂酸钠润滑剂。在各个表中，所述批料用固体重量百分数表示，不考虑水之类的液体加工能够助剂和粘合剂材料。

[0079] 一些烧制的蜂窝体在端部以方格图案形式、交替地堵塞孔道，使得在一端被堵塞的孔道在另一端通常，从而形成壁流式过滤器。通过以下方式测量过滤器主体内的压降。各过滤器包覆在陶瓷多孔垫之内，牢固地封装在圆柱形金属支架内。所述支架和过滤器在各个端部与金属管连接，空气流流过所述金属管。通过过滤器的压降，即进口面和出口面之间的压力差根据与气体流速的关系测量。对于所有 2 英寸直径的样品使用 1.9-26.25 标准立方英尺 / 分钟 (scfm) 的流速，对于 5.66 英寸直径的过滤器使用 15-210scfm 的流速。通过 2 英寸直径过滤器的 26.25 的流速从气时空速换算近似与流过相同长度的 5.66 英寸直径过滤器的 210scfm 的流速相等，相当于对于 6 英寸长的过滤器为 144,000 小时<sup>-1</sup>。在将碳颗粒引入过滤器之前，这些样品的压降被称为“清洁”压降，随着流速的增大，这些清洁压降会升高。可以将通过 5.66×6 英寸过滤器的 210scfm 流速下测量的清洁压降直接与通过 2×6 英寸过滤器的 26.25scfm 流速下测量的清洁压降相比较，这是因为气时空速是近似相等的。

[0080] 在测量清洁压降之后，将样品转移到第二装置，将它们再次与金属管子连接，向所述金属管内通入空气流。然后将极细的碳烟灰吸入该空气流中一端时间，通过在进口孔道壁上涂覆一层的碳颗粒，部分地对所述过滤器加载碳。然后将该样品放回第一设备，再次测

量其压降与流速的关系。在各种碳烟灰加载量条件下重复该过程。从而测定压降随流速和过滤器内包含的碳烟灰质量的关系。在大部分情况下,碳烟灰加载量约为 0.5-5 克 / 升过滤器体积。因为在直径 5.66 英寸的过滤器中加载碳烟灰的流速低于在 2 英寸直径过滤器中的流速,所以仅应在具有相同直径的过滤器之间比较加载烟灰的压降。

[0081] 上述测试方法的条件是用来提供在流动气体以及过滤器壁上累积碳烟灰的环境下的过滤器性能的相对比较,所述环境与过滤器在柴油发动机排气路径中可能经历的环境是相同的。为了使得发动机性能的降低最小化,需要加载了特定质量 / 体积的碳烟灰的过滤器的压降尽可能小。

[0082] 表 2 和表 3 提供了用于本发明制品的许多种组合物的实施例。在多孔棒 (1 英寸  $\times$  1/2 英寸  $\times$  5 英寸长;200 孔道 / 英寸<sup>2</sup>,0.020 英寸壁厚) 上测得的本发明实施例的断裂模量 (MOR) 数值大于 850psi。实施例 1-12 基本不含高岭土。描述了以下数值:CTE, MOR, 25°C 的弹性模量 (E), 1000°C 的弹性模量 (E'), % 孔隙率, 孔径  $d_1, d_5, d_{10}$ , 中值孔径 ( $d_{50}$ ),  $d_{90}, d_{95}$ , 和  $d_{99}$ , 烧制的主体中富铝红柱石 % 和尖晶石 %, 以及轴向和横向 I 比值 ( $I_A, I_T$ )。另外, CTE, % 孔隙率,  $d_{90}$  孔径以及轴向和横向 I- 比值 ( $I_A, I_T$ ) 的数值应使得  $M_T$  的数值大于 2660, 且  $M_A$  的数值小于 2220。这些结果见于图 1、2 和 8 的比较例。

[0083] 另外,  $CTE-[40.0-40.6(I_T)]$  和  $CTE-[34.4(I_A)-8.7]$  的数值大于 0, 说明低程度的微裂。图 3 和图 4 的比较例显示了这些结果。如图 5 所示, 发明实施例的弹性模量 E 随温度仅发生十分微小的升高, 使得比值  $E'(1000^\circ\text{C})/E(25^\circ\text{C})$  优选小于 1.20。低的  $E'(1000^\circ\text{C})/E(25^\circ\text{C})$  比值说明制品中产生的微裂程度很低。低程度的微裂对应于发明蜂窝体制品中更高的强度。

[0084] 图 5 和 7-9 显示了高的应变 - 破坏, 例如高的 (MOR/E), 该比值大于 0.073%; 更优选为 0.077-0.111%。与加热时 500-900°C 的平均 CTE' 相结合, 这些应变 - 破坏造成计算的热冲击参数 TSP 大于或等于 550°C; 更优选为 563-808°C。在图 6 中, 将这些 TSP 值以及比较例的 TSP 值对 25-800°C 的平均 CTE 作图。需要 TSP 尽可能大, 同时保持其它所需的性质, 因为这是蜂窝体制品耐受在应用中 (例如再生循环过程中) 遇到的大温差情况的能力。

[0085] 表 4, 8 和 9 提供了包含高岭土 (特别是高岭土 A 和高岭土 B) 的本发明蜂窝体制品的实施例。表 4 中的实施例 13-17 说明了使用最高达 16% 的粗糙高岭土 (高岭土 A) 可以达到本发明的性质。表 4 中的实施例 18 和表 8 中的实施例 39-42 说明本发明的制品使用 6% 或 8% 的细高岭土源达成。表 9 中的实施例 43-48 说明, 只有在 1200-1300°C 的平均加热速率不大于 20°C / 小时的时候, 才可能用最高 16% 细高岭土源 (高岭土 B) 达成本发明的性质。对于这些含高岭土的本发明样品,  $CTE-[40.0-40.6(I_T)]$  和  $CTE-[34.4(I_A)-8.7]$  的数值都是正值, 说明 200/20 多孔试样达成低度的微裂, 从而得到大于 850psi 的高度的强度。

[0086] 表 10-15 提供了表中的发明实施例的孔径分布的进一步详述。这些数值是通过对各实施例进行水银孔隙率法测量获得的。其中包括总孔体积、TPV、相当的总水银进入体积 (单位为厘米<sup>3</sup>/克)、以及由孔径小于 1, 2, 3, 4, 5, 6, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 和 100 微米的孔组成的总孔体积的百分数。大于特定孔径的 TPV 百分数可通过用 100 减去表中的数值而得到。任意两个极限孔径之间的 TPV 百分数可通过对表中两个孔径的百分数取差值而得到。

[0087] 表 16 和 17 说明当原料混合物中包含约 16% 的中值粒径小于 7 微米的细高岭土、

且 1200-1300℃ 的加热速率大于 20℃ / 小时的时候, 200/20 多孔试样的 MOR 小于 850psi, 且  $M_A$  和  $M_T$  的数值在本发明的范围之外。这说明将批料中细小高岭土的用量减至最小以及在 1200-1300℃ 保持缓慢的平均加热速率的重要性。这是由于在使用大于 8% 细小高岭土和在 1200-1300℃ 采用大于 20℃ / 小时的加热速率的时候, 会产生过量的微裂, 所述微裂可通过以下结果显示:  $CTE-[40.0-40.6(I_T)]$  和  $CTE-[34.4(I_A)-8.7]$  为负值,  $E'(1000^\circ\text{C})/E(25^\circ\text{C})$  的 E 比值较高, 为 1.35-1.39。图 5 中显示了实施例 C4 的弹性模量与温度曲线图。弹性模量随温度的急剧增大是由于采用 16% 的中值粒径小于 7 微米的高岭土以及在 1200-1300℃ 大于 20℃ / 小时的加热速率制备的比较主体中较高度度的微裂造成的。使用 16% 细高岭土制备的比较样品还表现出较低的应变 - 破坏, MOR/E, 即比不使用高岭土的情况小 0.073%。这造成热冲击参数数值较低, 如图 6 所示。

[0088] 表 18 提供了在原料混合物中不含细高岭土的比较例, 但是  $M_A$  和  $M_T$  在本发明的范围之外, 这是因为过高的  $d_{90}$  数值, 即  $d_{90} > 40 \mu\text{m}$  (实施例 C14-C16) 或者是由于大于 54% 的高孔隙率 (实施例 C16-C19)。

[0089] 表 1- 原料

[0090]

原料	通过激光衍射测量的 中值粒径 (微米)	XRD 滑石 形貌指数
滑石 A	28	0.94
滑石 B	24	0.94
滑石 C	15	0.65
滑石 D	约 40	0.95
滑石 E	约 30	0.95
滑石 F	约 20	0.65
滑石 G	5.0	0.88
滑石 H	8.6	0.94
石英 A	25	---
石英 B	23	---
石英 C	4.1	---
石英 D	20	---
石英 E	100	---
热解法二氧化硅	46	---
氧化铝 A	9.0	---
氧化铝 B	6.6	---
氧化铝 C	3.0	---
氧化铝 D	0.6	---
勃姆石	可分散至 < 0.2	---
Al(OH) <sub>3</sub> A	21	---
Al(OH) <sub>3</sub> B	13	---
Al(OH) <sub>3</sub> C	12	---
Al(OH) <sub>3</sub> D	5.0	---
高岭土 A	11	---
高岭土 B	3.9	---
石墨 A	124	---
石墨 B	35	---
石墨 C	101	---
石墨 D	39	---
石墨 E	29	---
石墨 F	49	---
马铃薯淀粉	49	---
聚乙烯珠粒	14	---

[0091] 表 2- 发明实施例 1-6

[0092]

实施例编号	1	2	3	4	5	6
最高温度(°C)	1425	1425	1425	1425	1430	1425
保持时间(小时)	15	15	15	15	30	15
加热速率1150-1200°C(°C/小时)	25	25	25	25	20	25
加热速率1200-1300°C(°C/小时)	25	25	25	25	50	25
加热速率1300-1360°C(°C/小时)	25	25	25	25	50	25
加热速率1360-最高温度(°C/小时)	6	6	6	5	50	5
原料						
滑石B	40.38	40.38	39.96	40.38	40.38	39.96
石英A	0	0	0	22.39	22.39	22.15
石英B	22.39	22.39	22.15	0	0	0
氧化铝B	21.77	21.77	21.54	21.77	21.77	21.54
勃姆石	5.05	5.05	0	5.05	5.05	0
Al(OH) <sub>3</sub> D	10.31	10.31	16.35	10.31	10.31	16.35
高岭土A	0	0	0	0	0	0
高岭土B	0	0	0	0	0	0
石墨B	0	10.00	10.00	0	0	10.00
马铃薯淀粉	0	0	0	0	10.00	0
性质						
CTE, 25-800°C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	4.2	7.7	8.0	5.3	6.7	6.2
CTE, 500-900°C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	11.8	14.7	15.1	12.1	14.0	13.1
断裂模量, 多孔(psi)	1745	1620	1556	1113	1090	1047
断裂模量, 棒(psi)	3247	-	-	-	-	-
25°C的弹性模量(10 <sup>6</sup> psi)	-	-	-	-	0.98	-
1000°C的弹性模量(10 <sup>6</sup> psi)	-	-	-	-	-	-
E(1000°C)/E(25°C)	-	-	-	-	-	-
MOR/E (%)	-	-	-	-	0.111	-
热冲击参数(°C)	-	-	-	-	808	-
%孔隙率	45.5	51.1	51.5	45.8	53.1	50.8
d <sub>1</sub>	2.5	3.8	4.9	3.2	6.5	3.2
d <sub>5</sub>	4.5	6.0	7.9	4.7	10.1	5.0
d <sub>10</sub>	5.8	7.3	9.4	5.9	12.2	6.2
d <sub>50</sub>	12.0	13.6	15.3	11.6	19.5	11.7
d <sub>90</sub>	23.1	23.3	28.9	24.7	29.9	22.9
d <sub>95</sub>	39.0	38.1	56.0	40.2	44.5	38.9
d <sub>99</sub>	142	177	233	165	162	146
(d <sub>50</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	0.52	0.46	0.38	0.49	0.37	0.47
(d <sub>90</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	1.44	1.17	1.27	1.72	0.94	1.46
%富铝红柱石	1.1	0.9	0.9	0	0.7	0.6
%尖晶石	2.0	1.9	2.8	2.9	2.0	2.9
轴向I-比值, I <sub>A</sub>	0.32	0.32	0.32	0.33	0.39	0.31
横向I-比值, I <sub>T</sub>	0.90	0.90	0.92	0.90	0.91	0.90

[0093]

CTE - [34.4(I <sub>A</sub> ) - 8.7]	1.9	5.4	5.7	2.6	1.9	4.2
CTE - [40.0 - 40.6(I <sub>T</sub> )]	0.7	4.2	5.4	1.8	3.6	2.7
M <sub>A</sub>	1933	1661	1743	1889	2187	1772
M <sub>T</sub>	2853	3097	3069	2930	2795	2940
过滤器直径(英寸)	2.0	2.0	2.0	5.66	5.66	5.66
清洁压降(千帕)	3.0	3.2	2.1	2.4	2.0	2.2
5克/毫升烟灰时的压降(千帕)	8.9	7.9	5.5	8.9	7.0	7.3
孔穴密度(孔穴/英寸 <sup>2</sup> )	199	199	204	196	191	192
壁厚度(10 <sup>-3</sup> 英寸)	20.8	21.0	19.5	19.9	20.0	20.0

[0094] 表 3- 发明实施例 7-12

[0095]

实施例编号	7	8	9	10	11	12
最高温度(°C)	1425	1430	1430	1425	1425	1430
保持时间(小时)	15	30	30	15	15	10
加热速率1150-1200°C(°C/小时)	25	75	75	25	25	20
加热速率1200-1300°C(°C/小时)	25	75	75	25	25	50
加热速率1300-1360°C(°C/小时)	25	75	75	25	25	50
加热速率1360-最高温度(°C/小时)	6	6	6	6	6	50
原料						
滑石A	0	40.38	0	40.38	40.38	0
滑石B	39.96	0	40.38	0	0	40.38
石英A	0	22.39	17.39	22.39	22.39	17.39
石英B	22.15	0	0	0	0	0
石英C	0	0	5.00	0	0	5.00
氧化铝B	21.54	21.77	21.77	21.77	21.77	21.77
勃姆石	0	5.05	5.05	5.05	5.05	5.05
Al(OH) <sub>3</sub> D	16.35	10.31	10.31	10.31	10.31	10.31
高岭土A	0	0	0	0	0	0
高岭土B	0	0	0	0	0	0
石墨B	10.00	0	0	0	0	0
聚乙烯珠粒s	0	5.00	0	5.00	0	0
马铃薯淀粉	0	0	10.00	0	0	10.00
性质						
CTE, 25-800C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	7.0	4.5	7.6	7.9	6.1	7.3
CTE, 500-900°C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	14.4	11.6	15.4	14.5	13.6	14.5
断裂模量, 多孔(psi)	1046	974	904	892	880	879
25°C的弹性模量(10 <sup>6</sup> psi)	1.19	1.26	1.09	-	-	-
1000°C的弹性模量(10 <sup>6</sup> psi)	1.22	-	-	-	-	-
E(1000°C)/E(25°C)	1.03	-	-	-	-	-
MOR/E (%)	0.088	0.077	0.083	-	-	-
热冲击参数 (°C)	624	678	563	-	-	-
%孔隙率	51.0	44.7	47.9	47.0	45.1	50.9
d <sub>1</sub>	8.0	3.6	7.0	7.2	7.5	7.9
d <sub>5</sub>	10.0	6.0	8.8	9.0	9.9	10.8
d <sub>10</sub>	11.4	7.2	10.0	10.4	11.6	12.8
d <sub>50</sub>	17.8	13.1	14.9	17.2	19.0	20.6
d <sub>90</sub>	29.7	28.4	22.5	32.8	37.7	31.5
d <sub>95</sub>	48.1	46.4	37.8	48.7	59.0	47.1
d <sub>99</sub>	170	144	181	116	170	150
(d <sub>50</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	0.36	0.45	0.33	0.39	0.39	0.38
(d <sub>90</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	1.03	1.52	0.88	1.40	1.55	0.95
%富铝红柱石	-	0	1.1	1.0	1.4	1.0
%尖晶石	-	3.2	3.7	2.7	3.5	1.9

[0096]

轴向I-比值, $I_A$	-	0.38	0.40	0.39	0.35	0.40
横向I-比值, $I_T$	-	0.88	0.89	0.90	0.90	0.90
CTE - [34.4( $I_A$ ) - 8.7]	-	0.1	2.5	3.1	2.8	2.2
CTE - [40.0 - 40.6( $I_T$ )]	-	0.2	3.7	4.4	2.6	3.8
$M_A$	-	2207	1894	2010	2112	2147
$M_T$	-	2678	3149	2984	2705	2843
过滤器直径(英寸)	5.66	-	5.66	-	5.66	5.66
清洁压降(千帕)	2.1	-	2.2	-	2.0	1.9
5克/升烟灰时的压降(千帕)	6.3	-	7.6	-	9.7	6.2
孔道密度(孔/英寸 <sup>2</sup> )	175	-	200	-	196	189
壁厚度( $10^{-3}$ 英寸)	20.0	-	19.3	-	19.7	19.7

[0097] 表 4- 发明实施例 13-18

[0098]

实施例编号	13	14	15	16	17	18
最高温度(°C)	1425	1425	1425	1425	1425	1425
保持时间(小时)	15	15	15	15	15	15
加热速率1150-1200°C(°C/小时)	25	25	25	100	25	25
加热速率1200-1300°C(°C/小时)	25	25	25	100	25	25
加热速率1300-1360°C(°C/小时)	25	25	25	100	25	25
加热速率1360-最高温度(°C/小时)	6	6	6	100	6	6
原料						
滑石B	39.01	39.01	41.30	41.30	40.10	41.16
滑石C	0	0	0	0	0	0
石英A	18.09	18.09	19.15	19.15	12.32	0
石英B	0	0	0	0	0	16.40
石英C	0	0	0	0	0	0
氧化铝A	12.19	0	0	0	8.67	0
氧化铝B	0	12.19	24.03	24.03	0	18.17
勃姆石	7.06	7.06	7.47	7.47	7.39	0
Al(OH) <sub>3</sub> A	0	0	0	0	15.76	0
Al(OH) <sub>3</sub> B	0	0	0	0	0	16.18
Al(OH) <sub>3</sub> D	16.06	16.06	0	0	0	0
高岭土A	7.59	7.59	8.04	8.04	15.76	0
高岭土B	0	0	0	0	0	8.09
性质						
CTE, 25-800C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	4.5	4.1	4.9	7.4	5.0	8.5
CTE, 500-900°C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	11.5	11.3	12.3	-	12.3	15.8
断裂模量, 多孔(psi)	1303	1147	1161	1938	942	1179
断裂模量, 棒(psi)	2440	-	2475	-	2365	2521
%孔隙率	46.3	44.7	44.3	43.6	44.8	46.4
d <sub>1</sub>	2.9	2.5	2.1	3.6	1.4	1.4
d <sub>5</sub>	4.8	4.1	4.2	5.9	6.2	4.6
d <sub>10</sub>	6.2	5.4	5.7	8.0	7.8	6.4
d <sub>50</sub>	12.9	10.9	12.3	15.8	15.5	13.5
d <sub>90</sub>	26.0	22.2	25.3	29.0	30.3	25.4
d <sub>95</sub>	49.4	45.2	49.6	48.0	51.8	45.4
d <sub>99</sub>	203	199	245	191	178	187
(d <sub>50</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	0.52	0.51	0.54	0.50	0.50	0.53
(d <sub>90</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	1.53	1.54	1.59	1.33	1.46	1.41
%富铝红柱石	1.7	0.8	1.2	1.7	0	1.4
%尖晶石	2.5	5.0	2.2	2.0	3.2	2.3
轴向I-比值, I <sub>A</sub>	0.31	0.31	0.36	0.37	0.37	0.42
横向I-比值, I <sub>T</sub>	0.90	0.91	0.87	0.88	0.89	0.82
CTE - [34.4(I <sub>A</sub> ) - 8.7]	2.5	2.1	1.2	3.1	1.0	2.8
CTE - [40.0 - 40.6(I <sub>T</sub> )]	1.0	1.0	0.2	3.4	1.1	1.8

[0099]

$M_A$	1935	1876	2027	1856	2154	1901
$M_T$	2788	2935	2768	3031	2733	2890
过滤器直径(英寸)	2.0	2.0	2.0	-	2.0	2.0
清洁压降(千帕)	3.2	3.6	3.1	-	3.0	2.7
5克/升烟灰时的压降(千帕)	10.4	11.1	10.4	-	10.2	8.5
孔道密度(孔/英寸 <sup>2</sup> )	205	206	196	-	203	197
壁厚度( $10^{-3}$ 英寸)	20.6	20.6	20.9	-	20.7	21.8

[0100] 表 5- 发明实施例 19-25

[0101]

实施例编号	19	20	21	22	23	24	25
最高温度(°C)	1425	1425	1425	1425	1425	1425	1425
保持时间(小时)	30	15	30	15	30	30	22.5
加热速率 1160-1200°C (°C/小时)	100	6	6	100	6	100	25
加热速率 1200-1300°C (°C/小时)	100	6	6	100	6	100	25
加热速率 1300-1360°C (°C/小时)	6	100	6	6	100	100	25
加热速率 1360-1425°C (°C/小时)	6	100	6	6	100	100	25
原料							
滑石B	39.96	39.96	39.96	39.96	39.96	39.96	39.96
石英B	22.15	22.15	22.15	22.15	22.15	22.15	22.15
氧化铝B	21.54	21.54	21.54	21.54	21.54	21.54	21.54
Al(OH) <sub>3</sub> D	16.35	16.35	16.35	16.35	16.35	16.35	16.35
高岭土A	0	0	0	0	0	0	0
高岭土B	0	0	0	0	0	0	0
石墨B	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00
性质							
CTE,25-800C(10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	4.7	8.2	5.4	5.7	7.5	7.1	6.1
CTE,500-900°C(10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	-	-	-	-	-	-	-
断裂模量, 多孔(psi)	-	-	-	-	-	-	-
断裂模量, 棒(psi)	-	-	-	-	-	-	-
%孔隙率	46.8	49.2	48.8	46.4	50.5	48.8	50.8
d <sub>1</sub>	6.1	5.2	4.2	6.6	4.0	4.7	6.5
d <sub>5</sub>	7.7	6.9	6.2	8.5	7.2	13.2	8.7
d <sub>10</sub>	9.1	8.2	7.6	9.6	9.1	15.5	10.1
d <sub>50</sub>	15.4	15.6	14.9	14.9	18.6	22.5	17.5
d <sub>90</sub>	26.5	29.2	29.7	27.7	36.2	39.8	36.6
d <sub>95</sub>	40.4	49.8	50.2	48.1	54.2	69.5	64.5
d <sub>99</sub>	167	187	177	156	143	206	239
(d <sub>50</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	0.41	0.47	0.49	0.36	0.51	0.31	0.43
(d <sub>90</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	1.13	1.35	1.48	1.21	1.46	1.08	1.51
%富铝红柱石	0.6	0.7	0	0.7	0.9	0	0.6
%尖晶石	3.4	4.2	1.6	4.1	2.4	3.7	2.4
轴向I-比值, I <sub>A</sub>	0.33	0.27	0.30	0.35	0.31	0.36	0.31
横向I-比值, I <sub>T</sub>	0.88	0.91	0.92	0.88	0.89	0.87	0.90
CTE - [34.4(I <sub>A</sub> ) - 8.7]	2.0	7.6	3.8	2.4	5.5	3.4	4.1

[0102]

CTE - [40.0 - 40.6(I <sub>T</sub> )]	0.4	5.1	2.8	1.4	3.6	2.4	2.6
M <sub>A</sub>	2004	1507	1914	1986	1881	2144	2041
M <sub>T</sub>	2691	3100	2824	2789	2708	2523	2575
过滤器直径(英寸)	2	2	2	2	2	2	2
清洁压降(千帕)	3.1	-	-	-	-	-	-
5克/升烟灰时的压降 (千帕)	8.5	7.1	8.8	8.7	7.5	7.0	7.5
孔道密度(孔道/英寸 <sup>2</sup> )	202	196	196	208	203	196	205
壁厚度(10 <sup>-3</sup> 英寸)	19.7	21.0	20.0	20.9	20.1	19.4	20.7

[0103] 表 6- 发明实施例 26-30

[0104]

实施例编号	26	27	28	29	30
最高温度(°C)	1425	1425	1425	1425	1425
保持时间(小时)	30	22.5	22.5	30	22.5
加热速率 1160-1200°C (°C/小时)	6	47	25	100	25
加热速率 1200-1300°C (°C/小时)	6	47	25	100	25
加热速率 1300-1360°C (°C/小时)	100	47	25	6	25
加热速率 1360-1425°C (°C/小时)	100	47	25	6	25
原料					
滑石B	39.96	39.96	39.96	39.96	39.96
石英B	22.15	22.15	22.15	22.15	22.15
氧化铝B	21.54	21.54	21.54	21.54	21.54
Al(OH) <sub>3</sub> B	0	0	0	16.35	16.35
Al(OH) <sub>3</sub> D	16.35	16.35	16.35	0	0
高岭土A	0	0	0	0	0
高岭土B	0	0	0	0	0
性质					
CTE, 25-800C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	6.1	7.4	3.8	6.1	7.5
CTE, 500-900°C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	-	-	-	-	-
断裂模量, 多孔(psi)	-	-	-	-	-
断裂模量, 棒(psi)	-	-	-	-	-
%孔隙率	46.3	42.8	45.3	42.5	45.1
d <sub>1</sub>	2.5	4.0	2.7	3.8	3.2
d <sub>5</sub>	4.1	7.1	4.5	5.1	5.3
d <sub>10</sub>	5.9	8.6	5.7	6.4	6.7
d <sub>50</sub>	13.8	14.8	12.5	11.2	12.5
d <sub>90</sub>	27.2	28.3	28.8	19.8	25.4
d <sub>95</sub>	46.4	47.3	79.3	34.6	49.4
d <sub>99</sub>	205	170	278	162	198
(d <sub>50</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	0.57	0.42	0.55	0.43	0.46
(d <sub>90</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	1.54	1.33	1.84	1.20	1.50
%富铝红柱石	0	0.7	0.9	6.3	4.7
%尖晶石	2.3	4.1	2.8	2.3	1.8
轴向I-比值, I <sub>A</sub>	0.29	0.31	0.30	0.37	0.34
横向I-比值, I <sub>T</sub>	0.93	0.92	0.90	0.88	0.90
CTE - [34.4(I <sub>A</sub> ) - 8.7]	4.8	5.4	2.2	2.1	4.5
CTE - [40.0 - 40.6(I <sub>T</sub> )]	3.9	4.8	0.3	1.8	4.0
M <sub>A</sub>	1713	1612	2007	1800	1694
M <sub>T</sub>	3087	3257	2665	3150	3186
过滤器直径(英寸)	2	2	2	2	2
清洁压降 (千帕)	-	2.8	-	3.4	2.9
5克/升烟灰时的压降(千帕)	9.0	9.2	9.4	10.4	8.5
孔道密度(孔道/英寸 <sup>2</sup> )	198	197	200	198	198
壁厚度(10 <sup>-3</sup> 英寸)	19.5	20.4	20.4	20.7	20.3

[0105] 表 7- 发明实施例 31-38

[0106]

实施例编号	31	32	33	34	35	36	37	38
最高温度(°C)	1425	1425	1425	1425	1425	1425	1425	1425
保持时间(小时)	15	30	30	22.5	22.5	30	22.5	22.5
加热速率 1160-1200°C(°C/小时)	6	6	100	47	25	100	47	47
加热速率 1200-1300°C(°C/小时)	6	6	100	47	25	100	47	47
加热速率 1300-1360°C(°C/小时)	100	100	100	47	25	100	47	47
加热速率 1360-1425°C(°C/小时)	100	100	100	47	25	100	47	47
原料								
滑石B	41.69	41.69	41.69	41.69	41.69	0	0	0
滑石H	0	0	0	0	0	41.69	41.69	39.96
石英A	0	0	0	0	0	20.43	20.43	0
石英C	20.43	20.43	20.43	20.43	20.43	0	0	22.15
氧化铝B	21.88	21.88	21.88	21.88	21.88	21.88	21.88	21.54
Al(OH) <sub>3</sub> B	16.00	16.00	16.00	16.00	16.00	16.00	16.00	16.35
高岭土A	0	0	0	0	0	0	0	0
高岭土B	0	0	0	0	0	0	0	0
石墨B	0	0	0	0	0	0	0	5.00
性质								
CTE, 25-800C ( $10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )	6.5	6.7	6.9	6.6	5.1	8.4	7.2	8.7
CTE, 500-900°C ( $10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )	-	-	-	-	-	-	-	-
断裂模量, 多孔(psi)	-	-	-	-	-	-	-	-
断裂模量, 棒(psi)	-	-	-	-	-	-	-	-
%孔隙率	48.5	49.2	46.9	48.4	46.6	42.2	44.3	49.5
d <sub>1</sub>	1.7	1.5	4.7	1.7	2.1	5.2	3.5	3.0
d <sub>5</sub>	3.0	2.8	7.4	3.3	3.6	7.3	4.9	5.0
d <sub>10</sub>	4.4	4.4	9.8	4.9	4.8	8.5	6.3	6.3
d <sub>50</sub>	10.3	10.8	17.1	11.8	10.6	13.6	11.2	10.6
d <sub>90</sub>	23.2	21.7	32.5	24.9	22.9	27.8	24.4	14.4
d <sub>95</sub>	50.6	42.0	64.1	59.3	51.9	55.5	46.0	23.4
d <sub>99</sub>	244	219	217	251	252	190	227	238
(d <sub>50</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	0.58	0.59	0.43	0.59	0.54	0.37	0.44	0.40
(d <sub>90</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	1.82	1.61	1.33	1.69	1.70	1.42	1.61	0.76
%富铝红柱石	0	0	0	0	0	0	0	0.7
%尖晶石	4.0	4.4	5.2	4.9	4.4	5.7	5	3.5
轴向I-比值, I <sub>A</sub>	0.33	0.34	0.40	0.37	0.35	0.37	0.34	0.40
横向I-比值, I <sub>T</sub>	0.86	0.85	0.85	0.84	0.87	0.87	0.88	0.88
CTE - [34.4(I <sub>A</sub> ) - 8.7]	3.8	3.7	1.8	2.6	1.8	4.4	4.2	3.6
CTE - [40.0 - 40.6(I <sub>T</sub> )]	1.4	1.2	1.4	0.7	0.4	3.7	2.9	4.4
M <sub>A</sub>	1780	1778	2141	1946	1962	1704	1692	1651
M <sub>T</sub>	2844	2840	2647	2719	2791	3169	3107	3394
过滤器直径(英寸)	2	2	2	2	2	-	-	2
清洁压降 (千帕)	-	-	-	2.7	-	-	-	3.2
5克/升烟灰时的压降(千帕)	8.3	7.9	7.4	8.0	8.0	-	-	7.4
孔道密度(孔道/英寸 <sup>2</sup> )	193	196	196	200	199	-	-	207
壁厚度( $10^{-3}$ 英寸)	21.0	20.2	19.6	20.3	20.9	-	-	20.2

[0107] 表 8- 发明实施例 39-42

[0108]

实施例编号	39	40	41	42
最高温度(°C)	1425	1425	1425	1425
保持时间(小时)	15	15	30	30
加热速率 1160-1200°C (°C/小时)	6	100	6	100
加热速率 1200-1300°C (°C/小时)	6	100	6	100
加热速率 1300-1360°C (°C/小时)	100	6	100	100
加热速率 1360-1425°C (°C/小时)	100	6	100	100
平均加热速率1160-1425°C (°C/小时)	11	12	11	100
原料				
滑石B	41.31	41.31	41.31	41.31
石英A	17.46	17.46	17.46	17.46
氧化铝B	19.23	19.23	19.23	19.23
Al(OH) <sub>3</sub> B	16.00	16.00	16.00	16.00
高岭土A	0	0	0	0
高岭土B	6.00	6.00	6.00	6.00
石墨B	5.00	5.00	5.00	5.00
性质				
CTE, 25-800C ( $10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )	7.8	5.6	4.7	7.9
CTE, 500-900°C ( $10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )	-	-	-	-
断裂模量, 多孔(psi)	-	-	-	-
断裂模量, 棒(psi)	-	-	-	-
%孔隙率	49.2	44.5	46.9	49.1
d <sub>1</sub>	2.8	3.2	2.9	4.3
d <sub>5</sub>	5.0	4.6	5.7	7.1
d <sub>10</sub>	7.0	5.6	7.6	9.4
d <sub>50</sub>	16.5	10.4	16.8	16.8
d <sub>90</sub>	34.9	23.5	31.1	31.2
d <sub>95</sub>	58.7	45.4	48.6	57.1
d <sub>99</sub>	225	182	151	200
(d <sub>50</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	0.58	0.46	0.55	0.44
(d <sub>90</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	1.69	1.72	1.40	1.30
%富铝红柱石	0	0	0	0
%尖晶石	3.8	4.6	3.9	5.6
轴向I-比值, I <sub>A</sub>	0.33	0.36	0.33	0.37
横向I-比值, I <sub>T</sub>	0.88	0.85	0.89	0.84
CTE - [34.4(I <sub>A</sub> ) - 8.7]	5.1	1.9	2.0	3.9
CTE - [40.0 - 40.6(I <sub>T</sub> )]	3.5	0.1	0.8	2.0
M <sub>A</sub>	1875	1921	2093	1939
M <sub>T</sub>	2767	2797	2616	2688
过滤器直径(英寸)	2	2	2	2

[0109]

清洁压降 (千帕)	-	-	-	-
5克/升烟灰时的压降(千帕)	8.0	9.0	7.9	7.6
孔道密度(孔道/英寸 <sup>2</sup> )	197	206	196	197
壁厚度(10 <sup>-3</sup> 英寸)	20.9	20.5	19.7	19.6

[0110] 表 9- 发明实施例 43-48

[0111]

实施例编号	43	44	45	46	47	48
最高温度(°C)	1425	1425	1425	1425	1425	1425
保持时间(小时)	15	30	15	30	30	15
加热速率 1160-1200°C (°C/小时)	6	6	6	6	6	6
加热速率 1200-1300°C (°C/小时)	6	6	6	6	6	6
加热速率 1300-1360°C (°C/小时)	100	100	100	6	100	6
加热速率 1360-1425°C (°C/小时)	100	100	100	6	100	6
平均加热速率1160-1425°C (°C/小时)	11	11	11	6	11	6
原料						
滑石B	40.70	40.70	40.70	40.70	40.70	40.70
石英B	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50
氧化铝B	14.80	14.80	14.80	14.80	14.80	14.80
Al(OH) <sub>3</sub> B	16.00	16.00	16.00	16.00	16.00	16.00
高岭土A	0	0	0	0	0	0
高岭土B	16.00	16.00	16.00	16.00	16.00	16.00
石墨F	0	0	18.00	18.00	18.00	18.00
性质						
CTE, 25-800C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	5.0	4.2	7.9	5.6	7.2	6.5
CTE, 500-900°C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	-	-	-	-	-	-
断裂模量, 多孔(psi)	-	-	-	-	-	-
断裂模量, 棒(psi)	-	-	-	-	-	-
%孔隙率	41.9	42.5	52.5	51.4	52.2	50.3
d <sub>1</sub>	1.3	1.3	2.0	1.1	2.0	1.8
d <sub>5</sub>	3.0	3.7	4.4	3.0	4.6	3.1
d <sub>10</sub>	4.8	5.5	6.3	4.3	6.4	4.2
d <sub>50</sub>	13.6	13.9	14.8	11.3	15.1	10.8
d <sub>90</sub>	27.2	26.3	26.7	21.9	29.1	20.0
d <sub>95</sub>	44.6	41.3	40.1	42.2	47.4	31.4
d <sub>99</sub>	164	158	118	202	169	114
(d <sub>50</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	0.65	0.60	0.58	0.62	0.58	0.61
(d <sub>90</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	1.65	1.50	1.38	1.56	1.51	1.46
%富铝红柱石	0	0	0	0	0	0.6
%尖晶石	3.6	3.4	3.0	2.9	3.6	2.5
轴向I-比值, I <sub>A</sub>	0.33	0.32	0.38	0.38	0.39	0.37
横向I-比值, I <sub>T</sub>	0.88	0.89	0.85	0.87	0.86	0.87
CTE - [34.4(I <sub>A</sub> ) - 8.7]	0.7	0.3	2.4	0.9	2.1	1.8
CTE - [40.0 - 40.6(I <sub>T</sub> )]	2.3	1.9	3.5	1.2	2.5	2.5
M <sub>A</sub>	1903	1943	1947	2080	2098	1894
M <sub>T</sub>	2843	2806	2757	2741	2670	2925
过滤器直径(英寸)	2	2	2	2	2	2
清洁压降 (千帕)	-	-	-	-	-	-
5克/升烟灰时的压降(千帕)	11.5	11.0	8.5	9.2	6.6	8.5
孔道密度(孔道/英寸 <sup>2</sup> )	204	196	207	211	206	209
壁厚度(10 <sup>-3</sup> 英寸)	19.3	20.0	20.0	20.0	20.3	20.0

[0112] 表 10- 实施例 1-9 的孔径分布数据

[0113]

实施例编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
总孔体积(cm <sup>3</sup> /g)	0.3445	0.4318	0.4160	0.3388	0.4243	0.4337	0.4182	0.3357	0.3792
%TPV ≤ 1 μm	0.3	0.4	0.2	0.3	0.1	0.3	0.0	0.2	0.2
%TPV ≤ 2 μm	0.6	0.5	0.3	0.4	0.2	0.4	0.1	0.4	0.3
%TPV ≤ 3 μm	1.7	0.6	0.5	0.8	0.3	0.8	0.1	0.7	0.3
%TPV ≤ 4 μm	3.8	1.2	0.7	2.7	0.5	2.3	0.1	1.3	0.3
%TPV ≤ 5 μm	6.7	2.7	1.0	5.9	0.6	4.9	0.1	2.5	0.3
%TPV ≤ 6 μm	10.6	5.1	1.7	10.5	0.8	8.9	0.1	4.8	0.3
%TPV ≤ 10 μm	34.3	24.9	12.4	37.4	4.7	35.0	4.9	26.4	10.1
%TPV ≤ 15 μm	72.5	61.9	46.9	72.2	21.2	74.4	29.3	64.1	50.8
%TPV ≤ 20 μm	87.0	86.3	80.3	85.5	53.7	87.3	67.7	82.1	85.8
%TPV ≤ 25 μm	91.1	91.2	87.6	90.2	82.5	91.2	85.2	87.8	91.8
%TPV ≤ 30 μm	93.4	93.2	90.6	92.6	90.1	93.1	90.2	90.7	93.6
%TPV ≤ 40 μm	95.2	95.3	92.8	95.0	94.2	95.2	93.9	94.1	95.3
%TPV ≤ 50 μm	96.3	96.2	94.2	95.9	95.6	96.1	95.2	95.4	96.0
%TPV ≤ 60 μm	97.4	96.9	95.5	96.7	96.6	96.9	96.2	96.5	96.7
%TPV ≤ 70 μm	97.8	97.3	96.1	97.1	97.0	97.4	96.8	97.1	97.1
%TPV ≤ 80 μm	98.1	97.6	96.5	97.5	97.5	97.7	97.3	97.6	97.4
%TPV ≤ 90 μm	98.3	97.8	96.9	97.7	97.8	98.0	97.6	98.0	97.7
%TPV ≤ 100 μm	98.5	98.0	97.2	98.0	98.1	98.2	97.8	98.2	97.9

[0114] 表 11- 实施例 10-18 的孔径分布数据

[0115]

实施例编号	10	11	12	13	14	15	16	17	18
总孔体积 (cm <sup>3</sup> /g)	0.3512	0.3127	0.4349	0.3427	0.3214	0.3252	0.3071	0.3219	0.3527
%TPV ≤ 1 μm	0.0	0.0	0.0	0.0	0.2	0.3	0.1	0.7	0.8
%TPV ≤ 2 μm	0.0	0.0	0.0	0.4	0.6	0.9	0.3	1.3	1.4
%TPV ≤ 3 μm	0.0	0.1	0.0	1.2	1.8	2.5	0.7	1.8	2.3
%TPV ≤ 4 μm	0.0	0.2	0.0	2.9	4.5	4.7	1.4	2.5	3.9
%TPV ≤ 5 μm	0.0	0.3	0.0	5.6	8.4	7.4	3.1	3.7	6.0
%TPV ≤ 6 μm	0.0	0.3	0.1	8.9	13.3	10.8	5.1	4.6	8.6
%TPV ≤ 10 μm	8.3	5.2	3.6	29.8	41.8	32.0	15.6	19.0	26.7
%TPV ≤ 15 μm	34.8	25.5	17.9	65.1	79.6	71.1	43.2	46.9	63.0
%TPV ≤ 20 μm	67.9	56.6	45.8	84.1	88.4	85.6	76.1	75.8	84.7
%TPV ≤ 25 μm	82.2	76.9	78.5	89.3	91.4	89.8	86.7	86.0	89.8
%TPV ≤ 30 μm	88.6	85.0	88.8	91.9	92.9	91.9	90.5	89.9	92.1
%TPV ≤ 40 μm	93.6	91.1	93.8	93.9	94.6	94.0	93.9	93.4	94.4
%TPV ≤ 50 μm	95.2	93.5	95.4	95.1	95.3	95.0	95.2	94.8	95.4
%TPV ≤ 60 μm	96.7	95.2	96.4	96.2	95.9	95.8	96.3	95.9	96.3
%TPV ≤ 70 μm	97.3	96.0	97.0	96.6	96.3	96.2	96.8	96.5	96.7
%TPV ≤ 80 μm	98.0	96.7	97.5	97.1	96.7	96.6	97.2	97.0	97.1
%TPV ≤ 90 μm	98.3	97.2	97.9	97.3	96.9	96.9	97.5	97.3	97.4
%TPV ≤ 100 μm	98.6	97.7	98.1	97.6	97.1	97.1	97.8	97.6	97.6

[0116] 表 12- 实施例 19-27 的孔径分布

[0117]

实施例编号	19	20	21	22	23	24	25	26	27
总孔体积(cm <sup>3</sup> /g)	0.3652	0.3946	0.3596	0.3503	0.4068	0.3803	0.3972	0.3348	0.2951
%TPV ≤ 1 μm	0.0	0.0	0.2	0.0	0.2	0.2	0.0	0.1	0.2
%TPV ≤ 2 μm	0.1	0.1	0.3	0.0	0.4	0.4	0.1	0.4	0.5
%TPV ≤ 3 μm	0.1	0.2	0.5	0.1	0.6	0.6	0.2	2.2	0.7
%TPV ≤ 4 μm	0.5	0.3	0.9	0.2	1.0	0.8	0.3	4.7	1.0
%TPV ≤ 5 μm	2.0	0.8	2.2	0.3	1.8	1.1	0.6	7.3	1.7
%TPV ≤ 6 μm	4.1	2.2	4.3	0.5	2.8	1.3	0.7	10.4	2.8
%TPV ≤ 10 μm	23.9	17.8	21.8	12.1	13.0	2.3	9.8	26.9	16.5
%TPV ≤ 15 μm	67.2	45.9	50.7	50.9	33.2	8.5	35.2	59.7	51.2
%TPV ≤ 20 μm	87.4	75.8	76.6	80.1	56.7	31.6	63.5	82.5	79.7
%TPV ≤ 25 μm	91.4	86.7	86.5	88.1	75.1	67.4	79.8	88.6	87.6
%TPV ≤ 30 μm	93.2	90.5	90.2	91.0	84.8	82.5	86.2	91.4	90.8
%TPV ≤ 40 μm	95.0	93.6	93.5	93.9	91.8	90.1	91.3	94.2	93.9
%TPV ≤ 50 μm	95.9	95.0	95.0	95.2	94.4	92.7	93.4	95.4	95.3
%TPV ≤ 60 μm	96.6	96.0	96.0	96.3	95.9	94.2	94.7	96.2	96.3
%TPV ≤ 70 μm	97.0	96.5	96.5	96.8	96.6	95.0	95.4	96.6	96.8
%TPV ≤ 80 μm	97.4	97.0	97.0	97.4	97.3	95.8	96.0	97.1	97.3
%TPV ≤ 90 μm	97.6	97.3	97.4	97.7	97.7	96.3	96.5	97.4	97.6
%TPV ≤ 100 μm	97.9	97.6	97.7	98.0	98.1	96.7	96.9	97.6	97.9

[0118] 表 13- 实施例 28-35 的孔径分布数据

[0119]

实施例编号	28	29	30	31	32	33	34	35
总孔体积(cm <sup>3</sup> /g)	0.3370	0.2862	0.3121	0.3617	0.3842	0.3625	0.3656	0.3458
%TPV ≤ 1 μm	0.3	0.2	0.2	0.3	0.4	0.0	0.4	0.2
%TPV ≤ 2 μm	0.5	0.3	0.4	1.7	2.5	0.1	1.5	0.9
%TPV ≤ 3 μm	1.4	0.4	0.8	5.2	5.8	0.1	4.2	3.1
%TPV ≤ 4 μm	3.7	1.4	2.0	8.6	8.9	0.6	7.2	6.5
%TPV ≤ 5 μm	6.8	4.4	4.2	12.6	12.1	1.2	10.2	10.9
%TPV ≤ 6 μm	11.3	8.1	6.5	17.6	16.3	2.4	13.5	16.0
%TPV ≤ 10 μm	34.0	37.1	30.9	46.8	42.6	10.5	33.9	44.8
%TPV ≤ 15 μm	65.4	81.3	70.0	80.4	78.6	34.1	76.3	80.0
%TPV ≤ 20 μm	82.5	90.2	85.4	88.1	88.7	69.9	87.0	88.3
%TPV ≤ 25 μm	88.0	92.8	89.8	90.7	91.7	84.4	90.0	90.9
%TPV ≤ 30 μm	90.6	94.1	91.9	92.2	93.2	88.7	91.6	92.3
%TPV ≤ 40 μm	93.1	95.8	94.1	94.0	94.9	92.2	93.4	94.0
%TPV ≤ 50 μm	94.1	96.6	95.1	95.0	95.6	93.6	94.3	94.8
%TPV ≤ 60 μm	95.1	97.3	95.9	95.7	96.3	94.8	95.1	95.6
%TPV ≤ 70 μm	95.6	97.6	96.2	96.2	96.7	95.4	95.5	96.1
%TPV ≤ 80 μm	96.0	97.9	96.6	96.6	97.0	95.9	96.0	96.5
%TPV ≤ 90 μm	96.3	98.1	96.9	96.9	97.3	96.3	96.4	96.8
%TPV ≤ 100 μm	96.6	98.3	97.3	97.2	97.5	96.7	96.7	97.0

[0120] 表 14- 实施例 36-42 的孔径分布数据

[0121]

实施例编号	36	37	38	39	40	41	42
总孔体积( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	0.2962	0.3149	0.3998	0.3860	0.3225	0.3602	0.3712
%TPV $\leq 1 \mu\text{m}$	0.3	0.0	0.2	0.1	0.1	0.3	0.2
%TPV $\leq 2 \mu\text{m}$	0.4	0.1	0.3	0.4	0.2	0.7	0.3
%TPV $\leq 3 \mu\text{m}$	0.5	0.5	1.0	1.3	0.7	1.0	0.5
%TPV $\leq 4 \mu\text{m}$	0.6	2.1	2.7	3.0	2.7	2.0	0.9
%TPV $\leq 5 \mu\text{m}$	0.9	5.5	5.1	5.0	6.6	3.7	1.7
%TPV $\leq 6 \mu\text{m}$	1.3	8.5	8.5	7.4	12.4	5.7	3.1
%TPV $\leq 10 \mu\text{m}$	18.4	38.4	41.2	20.2	45.9	17.9	11.8
%TPV $\leq 15 \mu\text{m}$	64.0	79.2	91.4	42.5	80.5	40.3	35.7
%TPV $\leq 20 \mu\text{m}$	84.2	87.8	94.5	66.4	87.9	68.8	73.9
%TPV $\leq 25 \mu\text{m}$	88.6	90.2	95.1	80.7	90.8	84.1	85.7
%TPV $\leq 30 \mu\text{m}$	90.9	91.6	95.5	87.0	92.5	89.3	89.5
%TPV $\leq 40 \mu\text{m}$	93.3	94.4	96.3	91.9	94.5	93.5	92.8
%TPV $\leq 50 \mu\text{m}$	94.4	95.4	96.6	93.9	95.4	95.2	94.1
%TPV $\leq 60 \mu\text{m}$	95.4	96.3	96.9	95.2	96.2	96.3	95.3
%TPV $\leq 70 \mu\text{m}$	95.9	96.7	97.1	95.8	96.7	96.9	95.9
%TPV $\leq 80 \mu\text{m}$	96.4	97.1	97.2	96.4	97.1	97.5	96.4
%TPV $\leq 90 \mu\text{m}$	96.7	97.3	97.4	96.8	97.4	97.9	96.7
%TPV $\leq 100 \mu\text{m}$	97.0	97.4	97.5	97.2	97.6	98.2	97.1

[0122] 实施例 15- 实施例 43-48 的孔径分布数据

[0123]

实施例编号	43	44	45	46	47	48
总孔体积( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	0.2986	0.2857	0.4431	0.3967	0.4198	0.3876
%TPV $\leq 1 \mu\text{m}$	0.6	0.7	0.3	0.9	0.3	0.2
%TPV $\leq 2 \mu\text{m}$	2.2	1.7	1.0	2.2	1.0	1.4
%TPV $\leq 3 \mu\text{m}$	5.0	3.3	2.4	4.9	2.0	4.6
%TPV $\leq 4 \mu\text{m}$	7.6	5.7	4.3	8.9	3.8	9.1
%TPV $\leq 5 \mu\text{m}$	10.5	8.3	6.5	13.6	5.9	14.2
%TPV $\leq 6 \mu\text{m}$	13.4	11.6	9.2	18.6	8.9	19.2
%TPV $\leq 10 \mu\text{m}$	29.7	27.2	23.8	40.7	22.9	43.9
%TPV $\leq 15 \mu\text{m}$	59.6	58.3	51.3	77.3	49.4	79.4
%TPV $\leq 20 \mu\text{m}$	81.5	82.0	79.7	88.4	78.0	90.1
%TPV $\leq 25 \mu\text{m}$	88.4	89.0	88.6	91.7	86.9	93.2
%TPV $\leq 30 \mu\text{m}$	91.6	91.9	91.9	93.2	90.5	94.7
%TPV $\leq 40 \mu\text{m}$	94.5	94.8	95.0	94.8	93.8	96.4
%TPV $\leq 50 \mu\text{m}$	95.6	96.0	96.3	95.6	95.3	97.1
%TPV $\leq 60 \mu\text{m}$	96.7	97.1	97.2	96.2	96.3	97.8
%TPV $\leq 70 \mu\text{m}$	97.2	97.5	97.7	96.6	96.9	98.1
%TPV $\leq 80 \mu\text{m}$	97.6	97.9	98.2	97.0	97.4	98.4
%TPV $\leq 90 \mu\text{m}$	97.9	98.3	98.5	97.3	97.7	98.6
%TPV $\leq 100 \mu\text{m}$	98.1	98.6	98.7	97.6	98.0	98.8

[0124] 表 16- 比较例 1-6

[0125]

实施例编号	C1	C2	C3	C4	C5	C6
最高温度(°C)	1410	1425	1420	1400	1400	1400
保持时间(小时)	11	15	15	7	7	7
加热速率1150-1200°C(°C/小时)	25	25	22	7	7	7
加热速率1200-1300°C(°C/小时)	25	25	48	23	23	23
加热速率1300-1360°C(°C/小时)	25	25	48	23	23	23
加热速率1360-最高温度(°C/小时)	5	6	48	23	23	23
原料						
滑石B	40.70	40.70	40.70	0	0	0
滑石D	0	0	0	39.90	0	0
滑石E	0	0	0	0	39.90	40.70
石英B	12.50	12.50	12.50	0	0	0
石英D	0	0	0	12.70	12.70	12.50
氧化铝B	0	0	14.80	15.00	15.00	14.80
氧化铝C	14.80	14.80	0	0	0	0
Al(OH) <sub>3</sub> B	0	0	16.00	0	0	0
Al(OH) <sub>3</sub> D	16.00	16.00	0	15.80	15.80	16.00
高岭土A	0	0	0	0	0	0
高岭土B	16.00	16.00	16.00	16.60	16.60	16.00
石墨A	20.00	20.00	0	0	0	0
性质						
CTE, 25-800C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	4.6	3.2	4.4	3.3	0.9	1.2
CTE, 500-900°C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	11.6	11.0	11.2	-	-	-
断裂模量, 多孔(psi)	832	722	671	-	-	-
断裂模量, 棒(psi)	-	1669	-	-	-	-
25°C的弹性模量(10 <sup>6</sup> psi)	-	-	1.15	-	-	-
1000°C的弹性模量(10 <sup>6</sup> psi)	-	-	1.60	-	-	-
E(1000°C)/E(25°C)	-	-	1.39	-	-	-
MOR/E (%)	-	-	0.058	-	-	-
热冲击参数 (°C)	-	-	519	-	-	-
%孔隙率	51.9	46.0	43.2	44.8	42.9	43.5
d <sub>10</sub>	3.3	6.7	5.4	3.1	4.2	3.7
d <sub>50</sub>	11.1	13.6	12.3	15.4	12.3	12.1
d <sub>90</sub>	21.1	27.2	27.2	39.3	35.8	29.6
(d <sub>50</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	0.70	0.51	0.56	0.80	0.66	0.69
(d <sub>90</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	1.60	1.51	1.77	2.35	2.57	2.14
%富铝红柱石	0.5	0	0	-	-	-
%尖晶石	4.4	3.2	4.1	-	-	-
轴向I-比值, I <sub>A</sub>	0.40	0.38	0.45	-	-	-
横向I-比值, I <sub>T</sub>	0.87	0.86	0.84	0.88	0.90	0.90
CTE - [34.4(I <sub>A</sub> ) - 8.7]	-0.5	-1.2	-2.4	-	-	-
CTE - [40.0 - 40.6(I <sub>T</sub> )]	-0.1	-1.9	-1.5	-1.0	-2.6	-2.3
M <sub>A</sub>	2252	2344	2430	-	-	-

[0126]

$M_T$	2632	2428	2545	2252	2212	2392
过滤器直径(英寸)	2.0	-	-	-	-	-
清洁压降 (千帕)	3.87	-	-	-	-	-
5克/升烟灰时的压降(千帕)	12.11	-	-	-	-	-
孔道密度(孔道/英寸 <sup>2</sup> )	213	-	-	-	-	-
壁厚度( $10^{-3}$ 英寸)	20.5	-	-	-	-	-

[0127] 表 17- 比较例 7-13

[0128]

实施例编号	C7	C8	C9	C10	C11	C12	C13
最高温度(°C)	1400	1400	1400	1400	1400	1400	1405
保持时间(小时)	7	7	7	7	7	7	11
加热速率1150-1200°C(°C/小时)	7	7	7	7	7	7	25
加热速率1200-1300°C(°C/小时)	23	23	23	23	23	23	25
加热速率1300-1360°C(°C/小时)	23	23	23	23	23	23	25
加热速率1360-最高温度(°C/小时)	23	23	23	23	23	23	5
原料							
滑石B	39.90	40.70	40.70	40.70	0	0	40.70
滑石F	0	0	0	0	39.90	39.90	0
石英B	0	0	0	0	0	0	12.50
石英C	0	0	0	0	0	12.70	0
石英D	12.70	6.30	6.30	6.30	12.70	0	0
石英E	0	6.30	6.30	6.30	0	0	0
氧化铝B	15.00	0	0	0	15.00	15.00	0
氧化铝C	0	0	0	0	0	0	14.80
氧化铝D	0	14.80	14.80	14.80	0	0	0
Al(OH) <sub>3</sub> D	15.80	16.00	16.00	16.00	15.80	15.80	16.00
高岭土A	0	0	0	0	0	0	0
高岭土B	16.60	16.00	16.00	16.00	16.60	16.60	16.00
石墨C	0	0	0	0	15.00	15.00	0
石墨D	10.00	0	10.00	10.00	0	0	0
石墨E	0	0	0	0	0	0	20.00
纤维素	0	0	2.00	10.00	0	0	0
性质							
CTE, 25-800C ( $10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )	3.4	1.4	2.8	1.5	6.1	6.2	3.5
%孔隙率	51.5	46.6	45.7	49.8	50.0	48.4	49.5
d <sub>10</sub>	4.1	3.7	4.7	5.2	4.1	2.3	5.1
d <sub>50</sub>	10.9	11.7	13.1	12.4	15.0	11.0	11.9
d <sub>90</sub>	22.4	57.4	63.9	60.2	33.0	29.9	35.7
(d <sub>50</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	0.62	0.68	0.64	0.58	0.73	0.80	0.57
(d <sub>90</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	1.68	4.59	4.52	4.44	1.93	2.51	2.57
%富铝红柱石	-	-	-	-	-	-	-
%尖晶石	-	-	-	-	-	-	-
轴向I-比值, I <sub>A</sub>	-	-	-	-	-	-	0.37
横向I-比值, I <sub>T</sub>	0.88	0.89	0.90	0.88	0.84	0.81	0.89
CTE - [34.4(I <sub>A</sub> ) - 8.7]	-	-	-	-	-	-	-0.5
CTE - [40.0 - 40.6(I <sub>T</sub> )]	-0.9	-2.5	-0.7	-2.8	0.2	-0.9	-0.4
M <sub>A</sub>	-	-	-	-	-	-	2497
M <sub>T</sub>	2516	1558	1624	1360	2407	2403	2285

[0129] 表 18- 比较实施例 14-19

[0130]

实施例编号	C14	C15	C16	C17	C18	C19
最高温度(°C)	1425	1425	1415	1415	1415	1405
保持时间(小时)	25	25	25	25	25	11
加热速率1150-1200°C(°C/小时)	50	50	25	25	25	25
加热速率1200-1300°C(°C/小时)	50	50	25	25	25	25
加热速率1300-1360°C(°C/小时)	50	50	25	25	25	25
加热速率1360-最高温度(°C/小时)	50	50	6	6	6	5
原料						
滑石B	39.76	39.76	0	0	0	39.86
滑石G	0	0	39.96	39.96	39.96	0
石英B	22.04	22.04	22.15	0	22.15	22.09
石英C	0	0	0	22.15	0	0
氧化铝B	20.50	20.50	21.54	21.54	21.54	19.05
勃姆石	0	0	0	0	0	4.99
Al(OH) <sub>3</sub> C	0	17.70	0	0	0	0
Al(OH) <sub>3</sub> D	17.70	0	16.35	16.35	16.35	14.01
高岭土A	0	0	0	0	0	0
高岭土B	0	0	0	0	0	0
石墨A	0	0	40.00	0	0	0
石墨B	0	0	0	0	0	30.00
石墨E	0	0	0	0	40.00	0
马铃薯淀粉	0	0	0	25.00	0	0
性质						
CTE, 25-800C (10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> )	5.8	6.9	6.2	6.4	5.9	5.2
%孔隙率	52.4	52.1	62.0	56.4	61.3	54.5
d <sub>10</sub>	9.0	11.7	5.9	8.9	7.4	5.0
d <sub>50</sub>	19.2	22.5	19.3	15.7	13.8	11.0
d <sub>90</sub>	43.0	50.7	41.6	37.7	26.8	30.4
(d <sub>50</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	0.53	0.48	0.69	0.43	0.47	0.55
(d <sub>90</sub> -d <sub>10</sub> )/d <sub>50</sub>	1.77	1.73	1.86	1.83	1.41	2.31
%富铝红柱石	-	-	-	-	-	-
%尖晶石	-	-	-	-	-	-
轴向I-比值	-	-	0.40	0.39	0.39	0.39
横向I-比值	0.91	0.88	0.90	0.91	0.90	0.88
CTE - [34.4(轴向I-比值) - 8.7]	-	-	1.1	1.7	1.2	0.5
CTE-[40.0 - 40.6(横向I-比值)]	2.7	2.6	2.7	3.3	2.4	0.9
M <sub>A</sub>	-	-	2646	2418	2347	2374
M <sub>T</sub>	2374	2169	2141	2471	2512	2432

[0131] 在以上简述和具体实施方式中已经描述了本发明。尽管文中已经在认为是优选的实施方式中描述了本发明,但是本领域技术人员可以在全部的说明书范围内选择各种其它的替代情况。因此除了所附权利要求书给出的限制以外,本发明不受其它的任何限制。

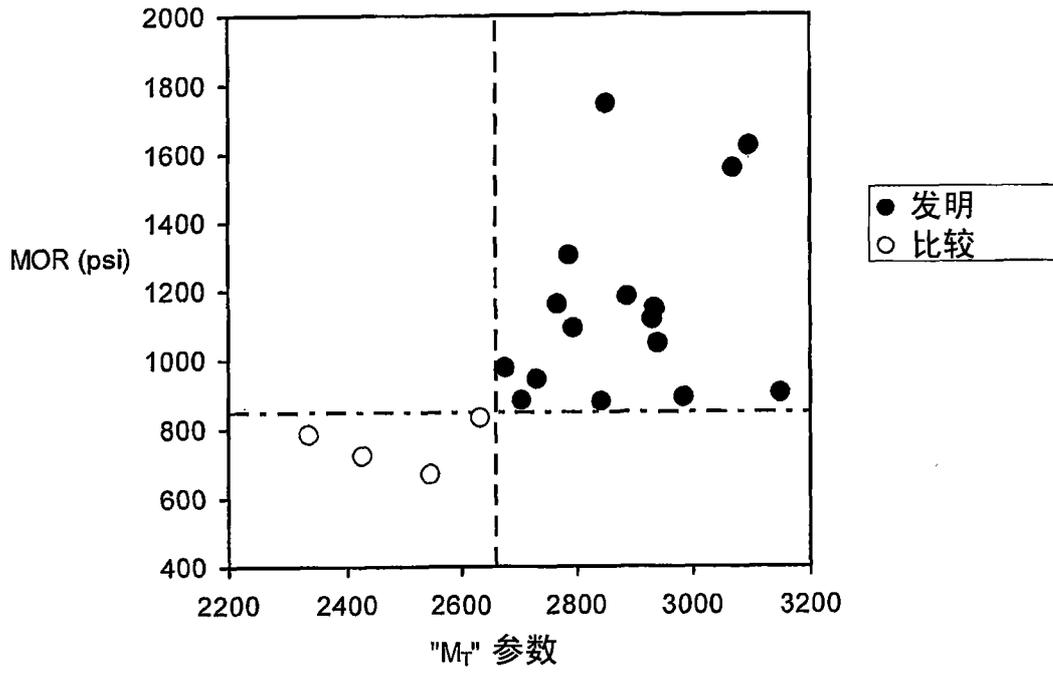


图 1

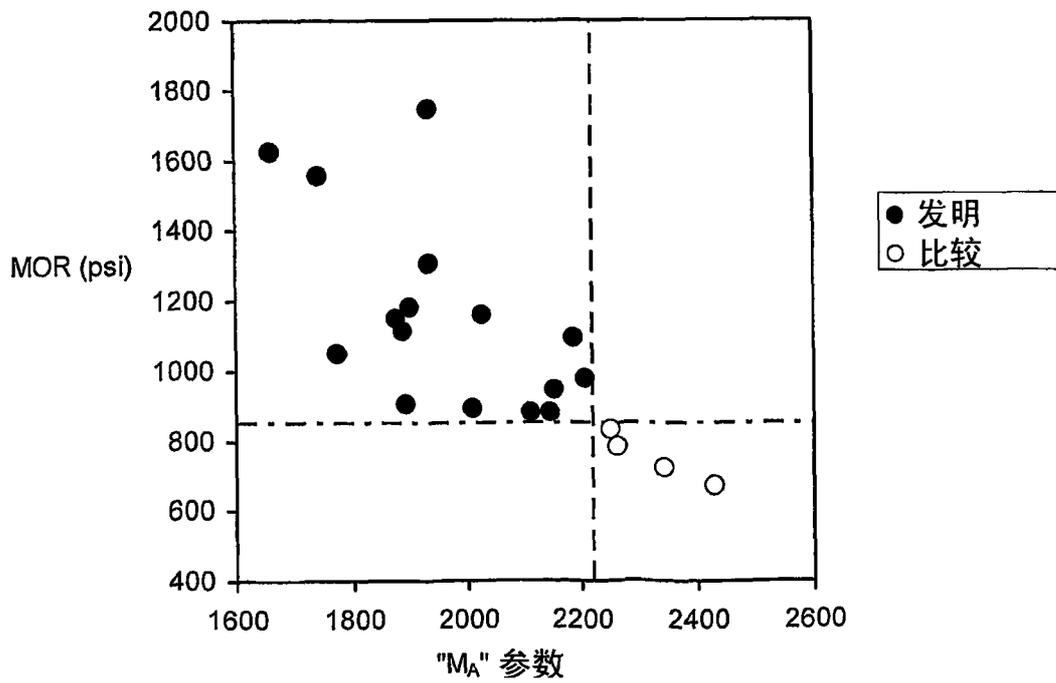


图 2

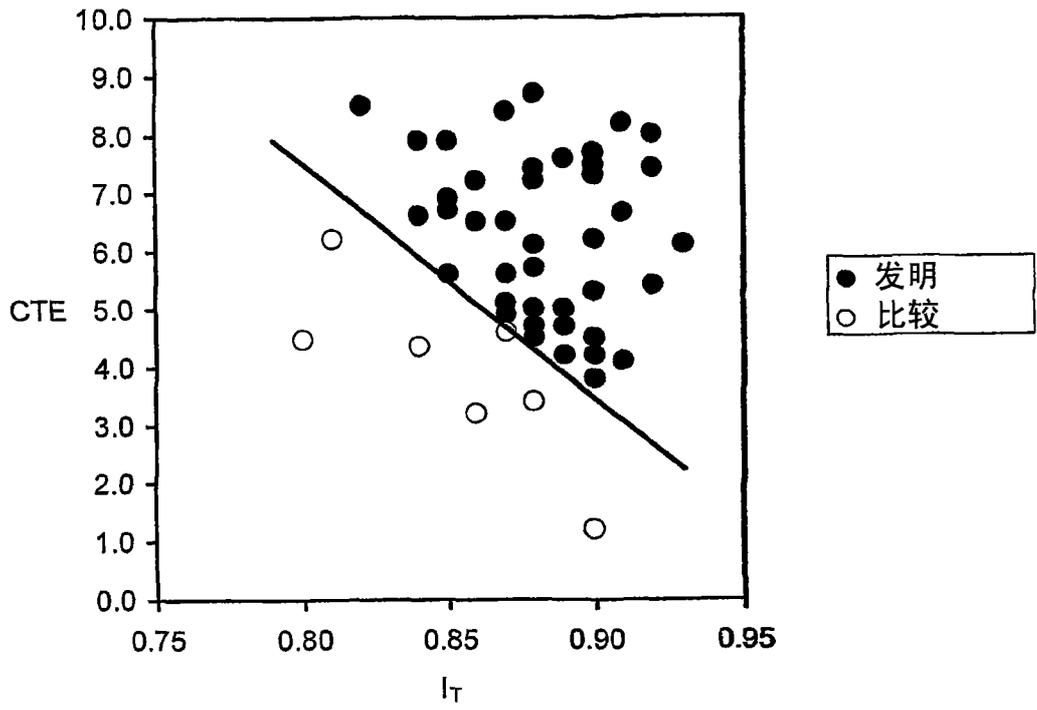


图 3

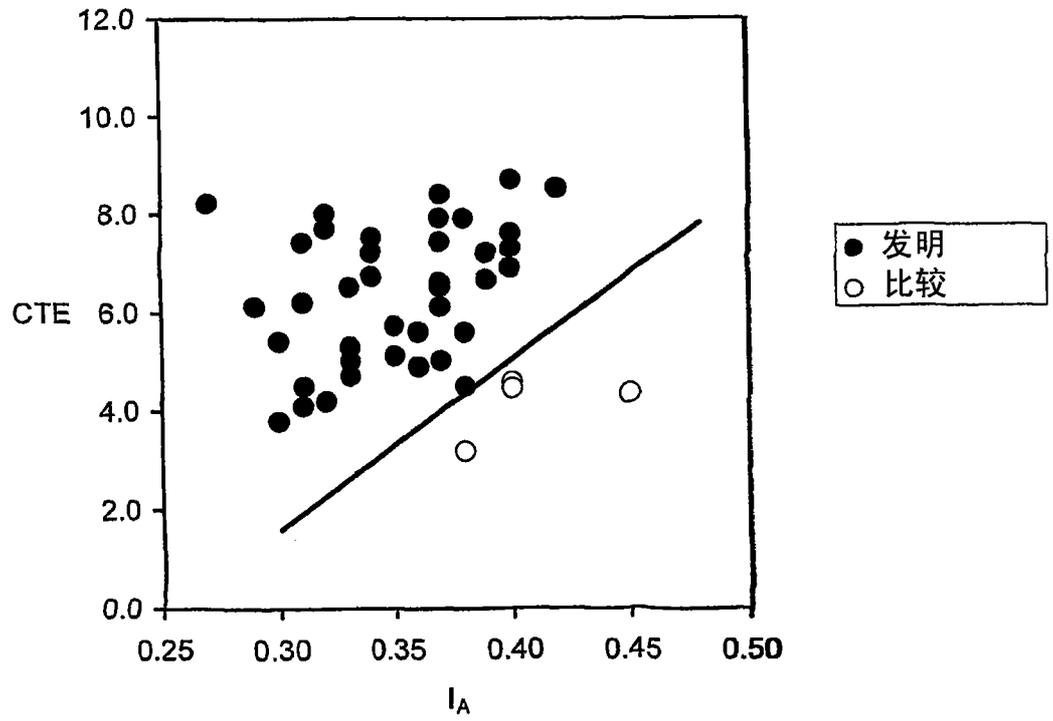


图 4

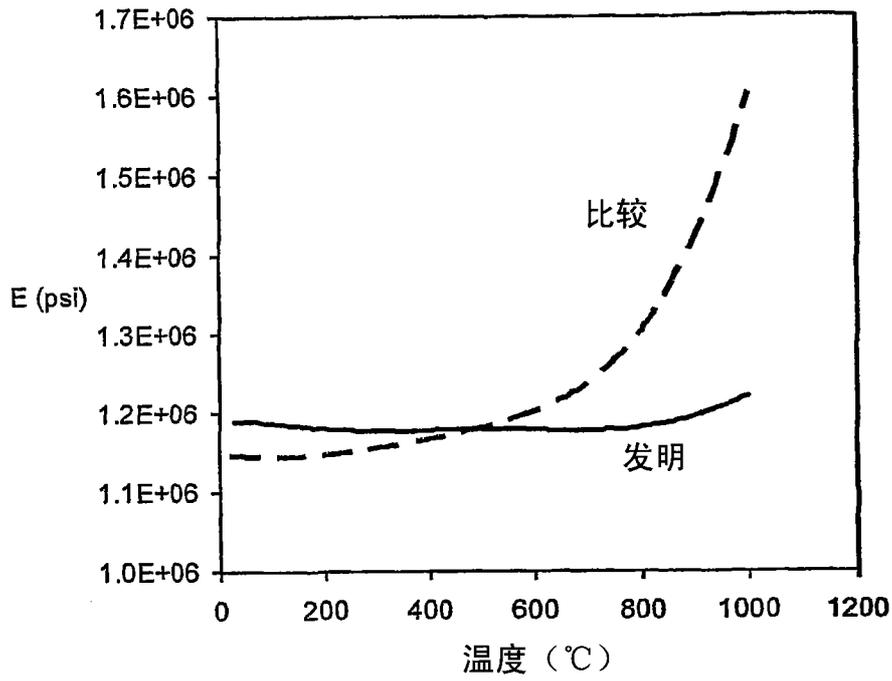


图 5

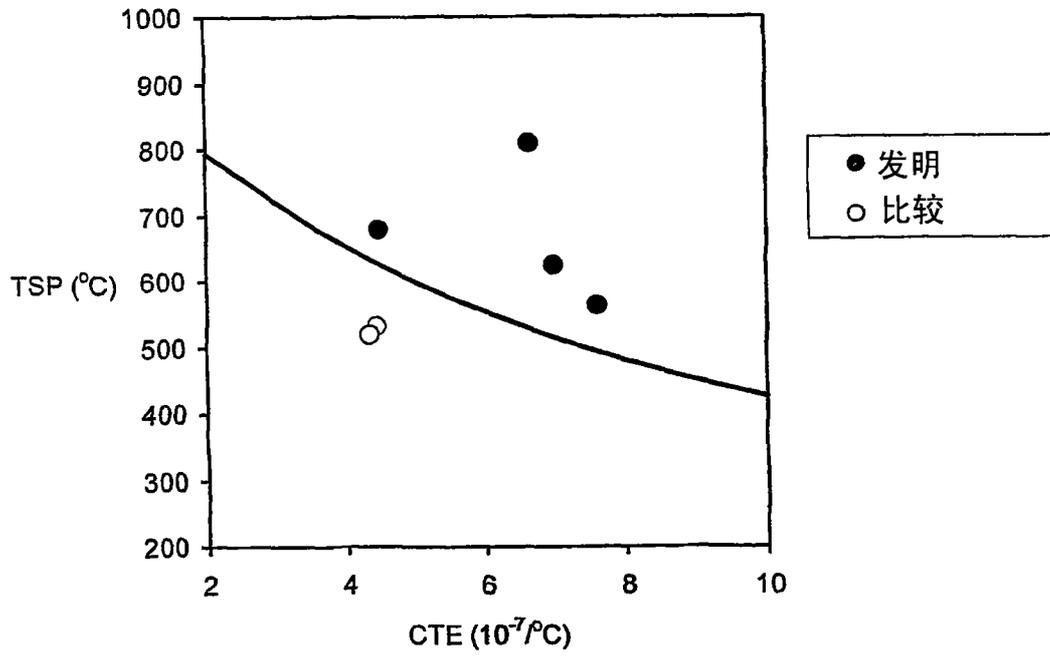


图 6

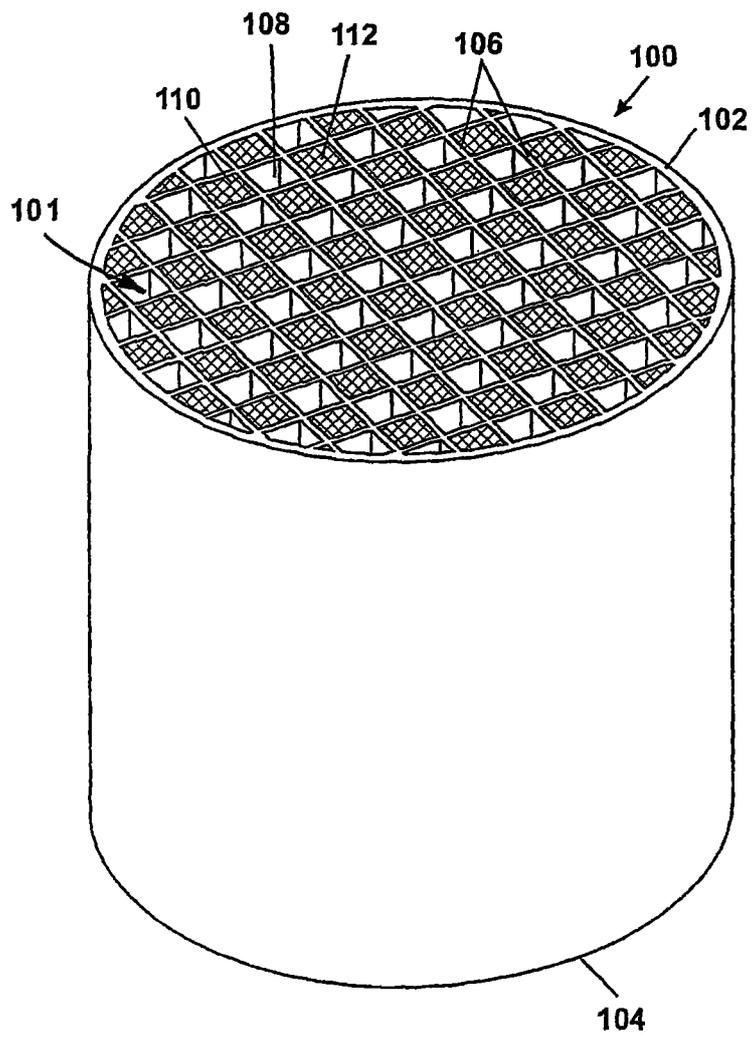


图 7

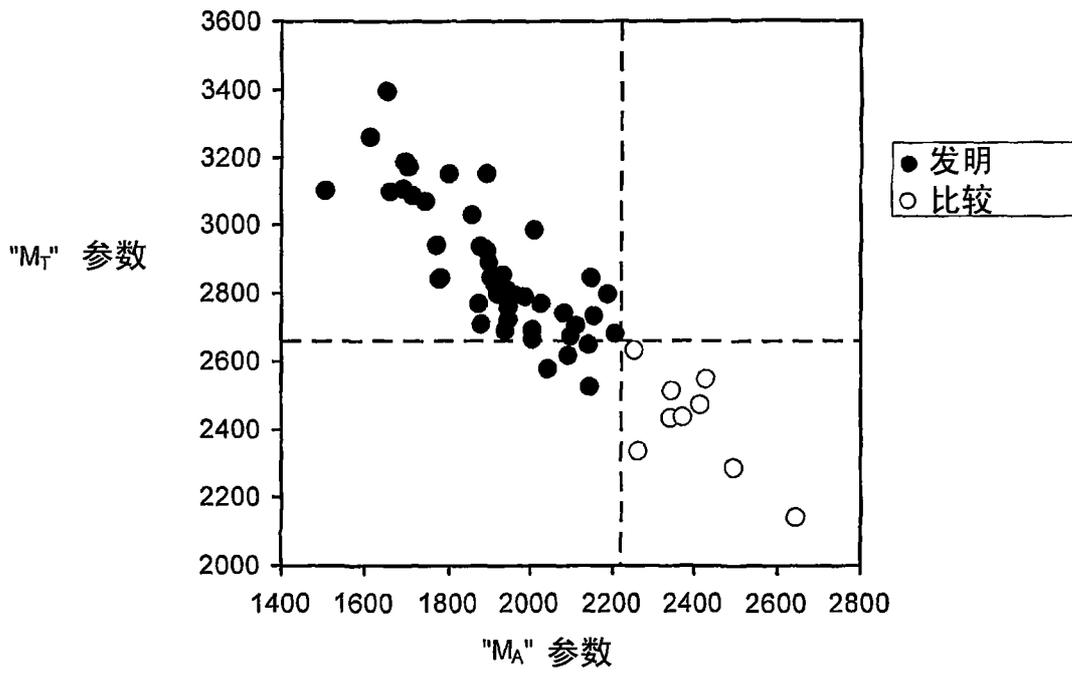


图 8

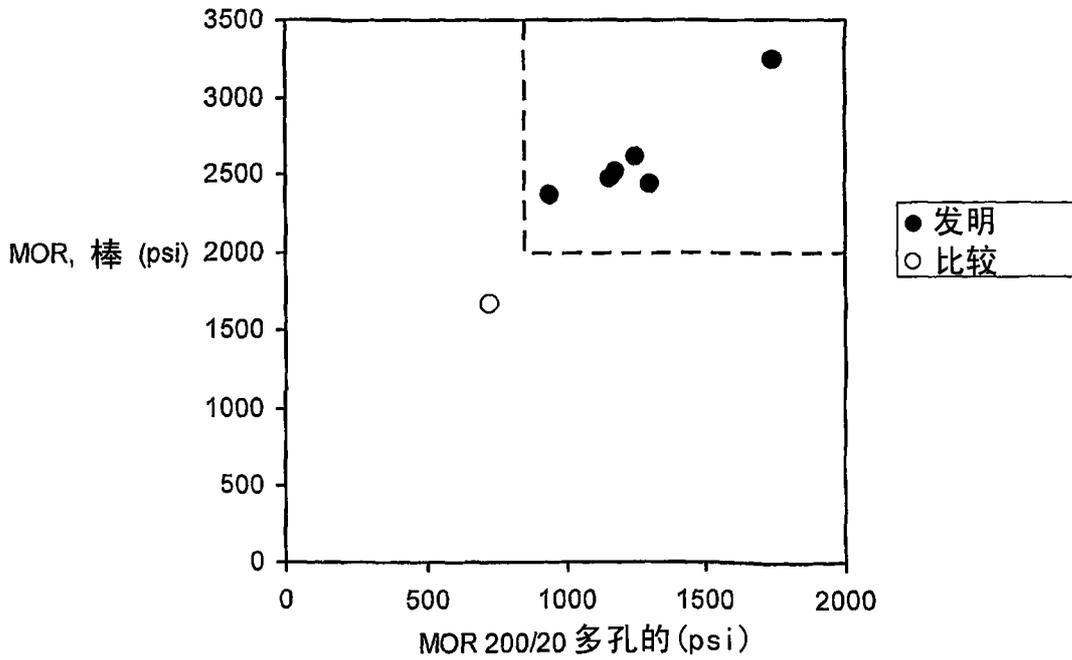


图 9