



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106365669 A

(43)申请公布日 2017.02.01

(21)申请号 201610770107.3

(22)申请日 2016.08.31

(71)申请人 山东奥福环保科技股份有限公司
地址 251599 山东省德州市临邑县经济开
发区富民路南首东侧

(72)发明人 黄妃慧 刘洪月 潘吉庆 李民

(74)专利代理机构 济南泉城专利商标事务所
37218

代理人 贾波

(51) Int. Cl.

C04B 38/00(2006.01)

C04B 35/195(2006.01)

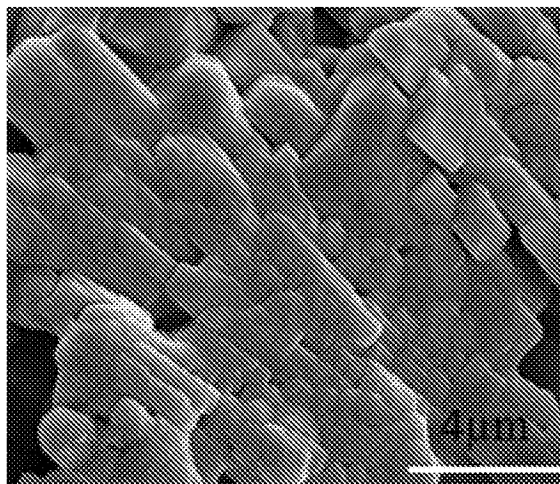
权利要求书2页 说明书8页 附图1页

(54)发明名称

一种以全氧化物为原料的堇青石蜂窝陶瓷载体及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种以全氧化物为原料的堇青石蜂窝陶瓷载体及其制备方法,包括以下原料:氧化铝32-38%,活性氧化镁12-15%,二氧化硅47-54%。本发明氧化物原料是化工产品,来源广泛,形貌容易控制、可以实现大的径厚比。本发明制备方法简单,易于实施,软化温度高,挤出和烧成合格率高,堇青石主要以氧化铝为模板生长,容易实现堇青石的定向排列,所得陶瓷载体的热膨胀系数低。



1. 一种以全氧化物为原料的堇青石蜂窝陶瓷载体,其特征是包括以下重量百分含量的原料:氧化铝32-38%,活性氧化镁12-15%,二氧化硅47-54%;

优选包括以下重量百分含量的原料:氧化铝35.2-36.0%,活性氧化镁13.0-13.7%,二氧化硅50.3-51.4%。

2. 根据权利要求1所述的堇青石蜂窝陶瓷载体,其特征是:所述氧化铝为片状氧化铝,或者为片状氧化铝和 γ -氧化铝的混合物;当氧化铝为片状氧化铝和 γ -氧化铝的混合物时,它们在堇青石蜂窝陶瓷载体中的重量百分含量优选为:片状氧化铝20-31%, γ -氧化铝5-15%,更优选为:片状氧化铝25-29%, γ -氧化铝7-10%。

3. 根据权利要求1或2所述的堇青石蜂窝陶瓷载体,其特征是:所述二氧化硅为气相二氧化硅,或者是气相二氧化硅和碱性硅溶胶的混合物;

当二氧化硅为气相二氧化硅和碱性硅溶胶的混合物时,它们在堇青石蜂窝陶瓷载体中的重量百分含量优选为:气相二氧化硅38-46%,碱性硅溶胶5-12%,更优选为:气相二氧化硅40-44%,碱性硅溶胶7-10%。

4. 根据权利要求3或4所述的堇青石蜂窝陶瓷载体,其特征是:所述片状氧化铝的径厚比为6-15:1,优选为10-15:1。

5. 根据权利要求3或4所述的堇青石蜂窝陶瓷载体,其特征是:片状氧化铝的粒度要求为: $D_{50}=20\mu\text{m}-30\mu\text{m}$;活性氧化镁的粒度要求为: $D_{50}=0.2\mu\text{m}-0.6\mu\text{m}$; γ -氧化铝的粒度要求为: $D_{50}=0.1\mu\text{m}-0.4\mu\text{m}$;气相二氧化硅的粒度要求为: $D_{50}=4\mu\text{m}-6\mu\text{m}$;碱性硅溶胶中,二氧化硅含量25-32%,粒径10-15nm。

6. 一种权利要求1所述的以全氧化物为原料的堇青石蜂窝陶瓷载体的制备方法,其特征是包括以下步骤:

(1)取氧化铝、活性氧化镁和二氧化硅原料,粉碎至所需粒度,备用;

(2)将氧化铝、活性氧化镁、二氧化硅和增塑剂充分干混,然后加入润滑剂和水捏合,捏合后练泥、常温陈腐、挤出成型、干燥、烧成,得以全氧化物为原料的堇青石蜂窝陶瓷载体。

7. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征是:所述增塑剂为甲基纤维素或羟丙基甲基纤维素,增塑剂用量优选为原料总质量的7-8%;

所述润滑剂为有机硅聚醚共聚物和豆油的混合物,润滑剂用量优选为原料总质量的1.5-2%;

水的用量优选为原料总质量的29-32%;

陈腐时间优选为12-24h。

8. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征是:在陈腐后先依次经过加压过筛和真空过筛,然后再进行挤出成型,加压过筛是将泥料在加压下过废旧的堇青石蜂窝陶瓷载体成型模具,真空过筛是将泥料在加压和抽真空下过金属筛网。

9. 根据权利要求8所述的制备方法,其特征是:生产某一壁厚的堇青石蜂窝陶瓷载体时,加压过筛使用的筛网为生产该相应壁厚的堇青石蜂窝陶瓷载体所产生的废旧成型模具。

10. 根据权利要求8或9所述的制备方法,其特征是:当堇青石蜂窝陶瓷载体的壁厚要求为 $>7\text{mil}$ 时,进行两次加压过筛,每次过筛的压力为12-14Mpa;当堇青石蜂窝陶瓷载体的壁厚要求为5-7mil时,进行两次加压过筛,每次过筛的压力为14-18Mpa;当堇青石蜂窝陶瓷载

体的壁厚要求为 $3 \sim < 5 \text{mil}$ 时,进行三次加压过筛,每次过筛的压力为 $18-20 \text{Mpa}$;当堇青石蜂窝陶瓷载体的壁厚要求为 $< 3 \text{mil}$ 时,进行三次加压过筛,过筛压力为 $22-24 \text{Mpa}$;

当堇青石蜂窝陶瓷载体的壁厚要求为 $> 7 \text{mil}$ 时,进行两次真空过筛,筛网目数为180目,每次过筛的压力为 $10-12 \text{Mpa}$,真空度为 $0.06-0.07 \text{Mpa}$;当堇青石蜂窝陶瓷载体的壁厚要求为 $5-7 \text{mil}$ 时,进行两次真空过筛,筛网目数为220目,每次过筛的压力为 $12-16 \text{Mpa}$,真空度为 $0.07-0.08 \text{Mpa}$;当堇青石蜂窝陶瓷载体的壁厚要求为 $3 \sim < 5 \text{mil}$ 时,进行三次真空过筛,筛网目数为250目,每次过筛的压力为 $16-18 \text{Mpa}$,真空度为 $0.08-0.09 \text{Mpa}$;当堇青石蜂窝陶瓷载体的壁厚要求为 $< 3 \text{mil}$ 时,进行三次真空过筛,筛网目数为300目,过筛压力为 $18-20 \text{Mpa}$,真空度为 $0.09-0.10 \text{Mpa}$ 。

一种以全氧化物为原料的堇青石蜂窝陶瓷载体及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种以全氧化物为原料的堇青石蜂窝陶瓷载体及其制备方法,属于催化剂载体技术领域。

背景技术

[0002] 堇青石质蜂窝陶瓷载体是内燃机气态污染排放后处理技术的催化剂载体,如:SCR载体、TWC载体、DOC载体及DPF、GPF等。随着排放法规对机动车排气污染物更低的排放限值以及机动车经济性法规的快速严格化,要求必须把蜂窝陶瓷载体壁厚降低到5mil以下,以获得更大的催化剂涂覆表面积及更低的流动阻力。随着壁厚降低,热冲击性能也降低,对堇青石质蜂窝陶瓷载体的热膨胀系数(简称CTE)要求更高,CTE最好 $<0.6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ (室温~800度)。

[0003] CN103396102A公开了一种基于液体添加剂的低膨胀系数堇青石蜂窝陶瓷的制备方法,该方法中主要原料组成为高纯片状高岭土、高纯板状滑石粉和氧化铝粉,通过在泥料中添加了分散剂后,提升泥料中原料颗粒流动和滑移的自由度,从而促进片状滑石、高岭土在挤出方向上的定向排列。

[0004] CN104030720B公开了一种零烧成收缩的堇青石蜂窝陶瓷载体及其制备方法,该方法中主要原料组成为片状高岭土、片状滑石粉和片状氧化铝粉、氧化镁粉、氧化硅粉,虽然揭示了片状氧化铝的定向排列对降低热膨胀系数作用,但其核心还是以片状滑石、高岭土定向排列达到降低热膨胀系数,而且没有单独体现片状氧化铝径厚比与热膨胀系数关系。

[0005] 目前,制备堇青石蜂窝陶瓷最常用的载体为片状滑石、片状高岭土,片状滑石和片状高岭土是天然矿物,形貌容易随着矿藏发生变化,不容易控制,加工成本高,且随着时间推移,天然矿物资源会逐渐枯竭,质量也会越来越低;滑石天然矿物有伴生矿,不可避免含有氧化钙杂质,高岭土天然矿物也有伴生矿,不可避免含有氧化钾、氧化钠等杂质,这些碱土、碱金属杂质相存在在烧成过程中容易形成玻璃相,增大热膨胀系数,降低蜂窝陶瓷载体软化温度。此外,片状滑石、片状高岭土含有结晶水,在烧成过程中,会发生脱水、分解、产生放热吸热现象,造成烧成容易开裂,烧成合格率低。因此,片状滑石和片状高岭土会对堇青石蜂窝陶瓷的成型率造成不利影响,为了提高产品性能,可以从原料入手寻找新的思路。

[0006] 氧化铝、氧化镁、氧化硅等全氧化物是化工产品,来源广泛,原料形貌容易控制,不含杂质碱土金属氧化物、碱金属氧化物,烧成过程不会出现玻璃相,也不存在脱水、分解、产生放热吸热现象,是天然矿物很好的替代原料。但是,当原料全部是氧化物时,生产堇青石蜂窝陶瓷存在一下困难,例如:①缺少高岭土和滑石配料,全氧化物原料均为瘠性料,泥料塑性差,挤出成型难;②全氧化物原料硬度高,颗粒存在棱角,对炼泥、挤出设备、模具磨损厉害;③全氧化物原料反应活性低,会造成热膨胀系数升高。

发明内容

[0007] 针对天然矿物原料存在的不足,本发明提供了一种以全氧化物为原料的堇青石蜂

窝陶瓷载体,该陶瓷载体的原料全部都是氧化物,不使用滑石和高岭土天然矿物,原料形貌容易控制,来源广泛,杂质少。

[0008] 本发明还提供了上述以全氧化物为原料的堇青石蜂窝陶瓷载体的制备方法,该方法操作简单,泥料成型性好,所得产品性能好,热膨胀系数低。

[0009] 本发明通过对原料的选择以及对制备方法的改进,得到了热膨胀系数低的堇青石蜂窝陶瓷载体,本发明具体技术方案如下:

[0010] 一种以全氧化物为原料的堇青石蜂窝陶瓷载体包括以下重量百分含量的原料:氧化铝32-38%,活性氧化镁12-15%,二氧化硅47-54%。

[0011] 优选的,上述以全氧化物为原料的堇青石蜂窝陶瓷载体包括以下重量百分含量的原料:氧化铝35.2-36.0%,活性氧化镁13.0-13.7%,二氧化硅50.3-51.4%。

[0012] 本发明以全氧化物为原料的堇青石蜂窝陶瓷载体(简称陶瓷载体)全部选择氧化物为原料,其中,氧化铝可以选择片状氧化铝,也可以用 γ -氧化铝代替部分片状氧化铝,即氧化铝也可以选择片状氧化铝和 γ -氧化铝的混合物,优选氧化铝为片状氧化铝和 γ -氧化铝的混合物。其中,二氧化硅可以选择气相二氧化硅,也可以用碱性硅溶胶代替部分气相二氧化硅,即二氧化硅也可以选择气相二氧化硅和碱性硅溶胶的混合物,优选二氧化硅为气相二氧化硅和碱性硅溶胶的混合物。本发明选择 γ -氧化铝、活性氧化镁、气相二氧化硅和碱性硅溶胶为原料,这些原料在制备过程中能与水发生水化反应,形成胶体形态,对氧化铝可以起到包裹的作用,既保留了片状氧化铝的片状结构,又减少了颗粒棱角对设备和模具的磨损,同时还促进了物料的混合。

[0013] 进一步的,当氧化铝为片状氧化铝和 γ -氧化铝的混合物时,它们在堇青石蜂窝陶瓷载体中的重量百分含量为:片状氧化铝20-31%, γ -氧化铝5-15%,它们的含量之和为32-38%;优选为:片状氧化铝25-29%, γ -氧化铝7-10%,它们的含量之和为35.2-36.0%。

[0014] 进一步的,当二氧化硅为气相二氧化硅和碱性硅溶胶的混合物时,它们在堇青石蜂窝陶瓷载体中的重量百分含量为:气相二氧化硅38-46%,碱性硅溶胶5-12%,它们的含量之和为47-54%;优选为:气相二氧化硅40-44%,碱性硅溶胶7-10%,它们的含量之和为50.3-51.4%。

[0015] 进一步的,所述片状氧化铝的径厚比为6-15:1,例如6:1、8:1、10:1、12:1、15:1,优选为10-15:1。片状氧化铝的径厚比越大,陶瓷载体的热膨胀系数越小,如图2所示。

[0016] 进一步的,本发明的片状氧化铝的粒度尽可能大,有利于定向排列,降低热膨胀系数,要求: $D_{50}=20\mu\text{m}-30\mu\text{m}$;活性氧化镁的粒度尽可能的细,提供高活性,要求: $D_{50}=0.2\mu\text{m}-0.6\mu\text{m}$; γ -氧化铝的粒度尽可能的细,提供高活性,要求: $D_{50}=0.1\mu\text{m}-0.4\mu\text{m}$;气相二氧化硅的粒度适中,与片状氧化铝、活性氧化镁形成最紧密堆积,要求: $D_{50}=4\mu\text{m}-6\mu\text{m}$ 。

[0017] 进一步的,本发明碱性硅溶胶呈碱性,二氧化硅含量25-32%,粒径10-15nm。

[0018] 本发明选择氧化铝、活性氧化镁、二氧化硅为原料,原料的含量配比偏离氧化铝,有利于提高蜂窝陶瓷载体软化温度,特别是有利于提高DPF的允许再生温度。使用粒度粗、径厚比大的片状氧化铝,使用粒度细、活性高的氧化镁, Mg^{2+} 的扩散速度远远大于 Al^{3+} (氧化铝为发育完整的 α -氧化铝,而且粒度粗,其活性低),在挤出成型的时候径厚比大的六方氧化铝会形成定向排列,这样堇青石主要在氧化铝上以氧化铝为模板生长,从而得到定向排列的堇青石(见图1),进而得到低的热膨胀系数的堇青石蜂窝陶瓷载体。

[0019] 本发明还提供了上述陶瓷载体的制备方法,包括以下步骤:

[0020] (1)取氧化铝、活性氧化镁和二氧化硅原料,粉碎至所需粒度,备用;

[0021] (2)将氧化铝、活性氧化镁、二氧化硅和增塑剂充分干混,然后加入润滑剂和水捏合,捏合后练泥、常温陈腐、挤出成型、干燥、烧成,得以全氧化物为原料的堇青石蜂窝陶瓷载体。

[0022] 上述步骤(1)中,氧化铝为单一的片状氧化铝,或者是片状氧化铝和 γ -氧化铝的混合物;二氧化硅为单一的气相二氧化硅,或者是气相二氧化硅和碱性硅溶胶的混合物。

[0023] 上述步骤(2)中,所述增塑剂为甲基纤维素或羟丙基甲基纤维素;所述润滑剂为有机硅聚醚共聚物和豆油的混合物。

[0024] 上述步骤(2)中,因为氧化物原料的泥料塑性差,挤出成型难,因此加大增塑剂的用量,增塑剂为原料总质量的7-8%。通过原料的水化和增塑剂的增加,泥料可以很好的挤出成型,且成型率高。

[0025] 上述步骤(2)中,润滑剂用量为原料总质量的1.5-2%。

[0026] 上述步骤(2)中,水的用量为原料总质量的29-32%。

[0027] 本发明中, γ -氧化铝、活性氧化镁、气相二氧化硅等原料能够发生水化反应,增加泥料的可塑性,因此在练泥步骤后需要一定时间的陈腐,使原料充分水化。陈腐时间可以为12-24h。

[0028] 进一步的,为了增加原料的定向排列,进一步降低产品热膨胀系数,可以增加过筛步骤,具体为:在陈腐后先依次经过加压过筛和真空过筛,然后再进行挤出成型,加压过筛是将泥料在加压下过废旧的堇青石蜂窝陶瓷载体成型模具,真空过筛是将泥料在加压和抽真空下过金属筛网。

[0029] 进一步的,加压过筛时,以废旧的堇青石蜂窝陶瓷载体成型模具(简称废旧成型模具)为筛网。生产堇青石蜂窝陶瓷载体(简称陶瓷载体,下同)时,模具不断的与泥料进行接触,随着时间的推移,模具的柱子会被磨损,造成模具槽宽厚增加,生产出来的陶瓷载体孔变形,不均匀,且生产出来的陶瓷载体壁厚比预期的厚度薄,不能满足要求,因此被淘汰。本发明以这些废旧成型模具为筛网,实现了模具的再利用,且本发明模具硬度远高于现有常规筛网,更有利于原料的定向排列。

[0030] 进一步的,生产壁厚不同的堇青石蜂窝陶瓷载体时,加压过筛所用的废旧成型模具的尺寸稍有不同。具体的为:生产某一壁厚的陶瓷载体时,过筛使用的筛网是生产该相应壁厚的陶瓷载体时所产生、淘汰下来的废旧成型模具。例如,生产壁厚大于7mil的陶瓷载体时,过筛使用的筛网应该采用生产该壁厚大于7mil的陶瓷载体时更换下来的废旧成型模具;生产壁厚<3mil的陶瓷载体时,过筛采用的筛网应该采用生产该<3mil的陶瓷载体时替换下来的废旧成型模具。因为模具随着使用时间的增长其槽宽厚会增加,因此报废的成型模具槽宽厚变大,生产出来的蜂窝陶瓷壁厚变薄,无法满足生产要求,所以报废。新、旧成型模具生产的蜂窝陶瓷壁厚变化情况如下表所示:

[0031]

新模具生产的陶瓷载体壁厚(mil)	废旧模具生产的陶瓷载体壁厚(mil)
>7	5-7
5-7	4-6

3~<5	2-3
<3	<2

[0032] 进一步的,针对不同壁厚的堇青石蜂窝陶瓷,加压过筛所需的工艺条件不同,具体如下表所示:

[0033]

陶瓷载体产品壁厚 (mil)	过筛遍数	过筛压力 (MPa)
>7	2	12-14
5-7	2	14-18
3~<5	3	18-20
<3	3	22-24

[0034] 进一步的,加压过筛时,压力可以通过液压机实现。

[0035] 进一步的,针对不同壁厚的堇青石蜂窝陶瓷,真空过筛所需的工艺条件不同,具体如下表所示:

[0036]

陶瓷载体产品壁厚 (mil)	筛网目数 (目)	过筛遍数	过筛压力 (MPa)	真空度 (MPa)
>7	180	2	10-12	0.06-0.07
5-7	220	2	12-16	0.07-0.08
3~<5	250	3	16-18	0.08-0.09
<3	300	3	18-20	0.09-0.1

[0037] 进一步的,真空过筛时将过筛装置进行抽真空,然后泥料在真空、加压的情况下进行过筛。

[0038] 本发明以全氧化物为原料,不使用天然矿物,成功制成了低膨胀系数的堇青石蜂窝陶瓷载体,具有以下优点:

[0039] 1、本发明氧化物原料是化工产品,来源广泛,特别是片状氧化铝原料形貌容易控制、可以实现大的径厚比,本发明堇青石主要在氧化铝上以氧化铝为模板生长,从而实现堇青石的定向排列,降低了陶瓷载体的热膨胀系数。

[0040] 2、本发明使用的氧化铝、氧化镁、氧化硅为高纯氧化物,不含杂质碱土金属氧化物、碱金属氧化物,烧成过程不出现玻璃相,软化温度高,也降低了热膨胀系数,并且氧化物在烧成过程中不存在脱水、分解、产生放热吸热现象,烧成合格率高,同时可以降低烧成时间,实现快烧。

[0041] 3、本发明活性氧化镁、气相二氧化硅、 γ -氧化铝等原料能与水形成胶体形态,可以对径厚比大的氧化铝进行包裹,既保留氧化铝的片状结构,又减少颗粒棱角对设备和模具磨损,同时还增加了泥料的挤出成型率。

[0042] 4、本发明制备方法简单,易于实施,通过原料和制备方法的搭配容易实现堇青石的定向排列,所得堇青石蜂窝陶瓷载体膨胀系数低。

附图说明

[0043] 图1定向排列的堇青石。

[0044] 图2实施例12-14反映出的片状氧化铝的径厚比与热膨胀系数的关系曲线。

具体实施方式

[0045] 本发明陶瓷载体原料全部由氧化物组成,当原料仅为片状氧化铝,活性氧化镁,气相二氧化硅时,它们的重量百分含量为:片状氧化铝32-38%,活性氧化镁12-15%,气相二氧化硅47-54%,和为100%;优选百分含量为:片状氧化铝35.2-36.0%,活性氧化镁13.0-13.7%,气相二氧化硅50.3-51.4%。

[0046] 当原料为片状氧化铝, γ -氧化铝,活性氧化镁,气相二氧化硅时,它们的重量百分含量为:片状氧化铝20-31%, γ -氧化铝5-15%,活性氧化镁12-15%,气相二氧化硅47-54%,和为100%;优选百分含量为:片状氧化铝25-29%, γ -氧化铝7-10%,活性氧化镁13.0-13.7%,二氧化硅50.3-51.4%。

[0047] 当原料为片状氧化铝,活性氧化镁,气相二氧化硅、碱性硅溶胶时,它们的重量百分含量为:片状氧化铝32-38%,活性氧化镁12-15%,气相二氧化硅38-46%,碱性硅溶胶5-12%,和为100%;优选百分含量为:片状氧化铝35.2-36.0%,活性氧化镁13.0-13.7%,气相二氧化硅40-44%,碱性硅溶胶7-10%。

[0048] 当原料为片状氧化铝, γ -氧化铝,活性氧化镁,气相二氧化硅、碱性硅溶胶时,它们的重量百分含量为:片状氧化铝20-31%, γ -氧化铝5-15%,活性氧化镁12-15%,气相二氧化硅38-46%,碱性硅溶胶5-12%,和为100%;优选百分含量为:片状氧化铝25-29%, γ -氧化铝7-10%,活性氧化镁13.0-13.7%,气相二氧化硅40-44%,碱性硅溶胶7-10%。

[0049] 本发明所用的各原料均能从市场中买到,例如,片状氧化铝可以购自上海定向材料科技有限公司, γ -氧化铝可以购自中国铝业郑州研究院公司,活性氧化镁可以购自潍坊海利隆镁业有限公司,气相二氧化硅可以购自广州吉必盛科技实业有限公司,碱性硅溶胶可以购自上虞市双洋硅制品有限公司。

[0050] 下面,通过具体实施例对本发明进行进一步的说明,下述说明仅是示例性的,并不对其内容进行限定。如无特别说明,下述百分含量均为重量百分含量。

[0051] 实施例1

[0052] 1、以径厚比为15:1、 $D_{50}=20\mu\text{m}-30\mu\text{m}$ 的片状氧化铝、 $D_{50}=0.2\mu\text{m}-0.6\mu\text{m}$ 的活性氧化镁、 $D_{50}=4\mu\text{m}-6\mu\text{m}$ 的气相二氧化硅为原料,它们的含量为:片状氧化铝35.8%、活性氧化镁13.5%、气相二氧化硅50.7%。

[0053] 2、按上述含量称取各原料,然后加入原料总质量8%的甲基纤维素,充分干混,干混后加入原料总质量1.0%的有机硅聚醚共聚物(比如道康宁的DC系列)、原料总质量1%的豆油和原料总质量32%的水,进行捏合、真空练泥,练泥后常温陈腐24h;

[0054] 3、陈腐后,将泥料挤出成型,得尺寸 $\Phi 330.2\times 152.4\text{mm}$,壁厚4mm的陶瓷载体生坯,将陶瓷载体生坯干燥,然后经100-120h升温到1425-1430℃烧成,然后保温8小时,得堇青石蜂窝陶瓷载体。

[0055] 实施例2

[0056] 按照实施例1的方法制备堇青石蜂窝陶瓷载体,不同的是,原料的含量为:片状氧化铝32%、活性氧化镁15%、气相二氧化硅53%。

[0057] 实施例3

[0058] 按照实施例1的方法制备堇青石蜂窝陶瓷载体,不同的是,原料的含量为:片状氧化铝38%、活性氧化镁12%、气相二氧化硅50%。

[0059] 实施例4

[0060] 1、以径厚比为15:1、D50=20um-30um的片状氧化铝、D50=0.1um-0.4um的 γ -氧化铝、D50=0.2um-0.6um的活性氧化镁、D50=4um-6um的气相二氧化硅为原料,它们的含量为:片状氧化铝30.8%、 γ -氧化铝5%、活性氧化镁13.5%、气相二氧化硅50.7%。

[0061] 2、按上述含量称取各原料,然后加入原料总质量8%的甲基纤维素,充分干混,干混后加入原料总质量1.0%的有机硅聚醚共聚物(比如道康宁的DC系列)、原料总质量1%的豆油和原料总质量32%的水,进行捏合、真空练泥,练泥后常温陈腐24h;

[0062] 3、陈腐后,将泥料挤出成型,得尺寸 $\Phi 330.2 \times 152.4$ mm,壁厚4mm的陶瓷载体生坯,将陶瓷载体生坯干燥,然后经100-120h升温到1425-1430℃烧成,然后保温8小时,得堇青石蜂窝陶瓷载体。

[0063] 实施例5

[0064] 按照实施例4的方法制备堇青石蜂窝陶瓷载体,不同的是,原料的含量为:片状氧化铝28.8%、 γ -氧化铝7%、活性氧化镁13.5%、气相二氧化硅50.7%。

[0065] 实施例6

[0066] 按照实施例4的方法制备堇青石蜂窝陶瓷载体,不同的是,原料的含量为:片状氧化铝25.8%、 γ -氧化铝10%、活性氧化镁13.5%、气相二氧化硅50.7%。

[0067] 实施例7

[0068] 按照实施例4的方法制备堇青石蜂窝陶瓷载体,不同的是,原料的含量为:片状氧化铝20.8%、 γ -氧化铝15%、活性氧化镁13.5%、气相二氧化硅50.7%。

[0069] 实施例8

[0070] 1、以径厚比为15:1、D50=20um-30um的片状氧化铝、D50=0.2um-0.6um的活性氧化镁、D50=4um-6um的气相二氧化硅、碱性硅溶胶为原料,碱性硅溶胶中二氧化硅含量28-30%,粒径10-15nm,pH9-10,它们的含量为:片状氧化铝35.8%、活性氧化镁13.5%、气相二氧化硅45.7%、碱性硅溶胶5%。

[0071] 2、按上述含量称取各原料,然后加入原料总质量8%的甲基纤维素,充分干混,干混后加入原料总质量1.0%的有机硅聚醚共聚物(比如道康宁的DC系列)、原料总质量1%的豆油和原料总质量32%的水,进行捏合、真空练泥,练泥后常温陈腐24h;

[0072] 3、陈腐后,将泥料挤出成型,得尺寸 $\Phi 330.2 \times 152.4$ mm,壁厚4mm的陶瓷载体生坯,将陶瓷载体生坯干燥,然后经100-120h升温到1425-1430℃烧成,然后保温8小时,得堇青石蜂窝陶瓷载体。

[0073] 实施例9

[0074] 按照实施例8的方法制备堇青石蜂窝陶瓷载体,不同的是,原料的含量为:片状氧化铝35.8%、活性氧化镁13.5%、气相二氧化硅43.7%、碱性硅溶胶7%。

[0075] 实施例10

[0076] 按照实施例8的方法制备堇青石蜂窝陶瓷载体,不同的是,原料的含量为:片状氧化铝35.8%、活性氧化镁13.5%、气相二氧化硅40.7%、碱性硅溶胶10%。

[0077] 实施例11

[0078] 按照实施例4的方法制备堇青石蜂窝陶瓷载体,不同的是,原料的含量为:片状氧化铝35.8%、活性氧化镁13.5%、气相二氧化硅38.7%、碱性硅溶胶12%。

[0079] 实施例12

[0080] 1、以径厚比为15:1、D50=20um-30um的片状氧化铝、D50=0.1um-0.4um的 γ -氧化铝、D50=0.2um-0.6um的活性氧化镁、D50=4um-6um的气相二氧化硅、碱性硅溶胶为原料,碱性硅溶胶中二氧化硅含量28-30%,粒径10-15nm,pH9-10,它们的含量为:片状氧化铝25.8%、 γ -氧化铝10%、活性氧化镁13.5%、气相二氧化硅40.7%、碱性硅溶胶10%。

[0081] 2、按上述含量称取各原料,然后加入原料总质量8%的甲基纤维素,充分干混,干混后加入原料总质量1.0%的有机硅聚醚共聚物(比如道康宁的DC系列)、原料总质量1%的豆油和原料总质量32%的水,进行捏合、真空练泥,练泥后常温陈腐24h;

[0082] 3、陈腐后,将泥料挤出成型,得尺寸 $\Phi 330.2 \times 152.4$ mm,壁厚4mil的陶瓷载体生坯,将陶瓷载体生坯干燥,然后经100-120h升温到1425-1430℃烧成,然后保温8小时,得堇青石蜂窝陶瓷载体。

[0083] 实施例13

[0084] 按照实施例12的方法制备堇青石蜂窝陶瓷载体,不同的是:片状氧化铝的径厚比为6:1、D50=20um-30um。

[0085] 实施例14

[0086] 按照实施例12的方法制备堇青石蜂窝陶瓷载体,不同的是:片状氧化铝的径厚比为8:1、D50=20um-30um。

[0087] 实施例15

[0088] 1、以径厚比为15:1、D50=20um-30um的片状氧化铝、D50=0.1um-0.4um的 γ -氧化铝、D50=0.2um-0.6um的活性氧化镁、D50=4um-6um的气相二氧化硅为原料,它们的含量为:片状氧化铝25.8%、 γ -氧化铝10%、活性氧化镁13.5%、气相二氧化硅50.7%。

[0089] 2、按上述含量称取各原料,然后加入原料总质量8%的甲基纤维素,充分干混,干混后加入原料总质量1.0%的有机硅聚醚共聚物(比如道康宁的DC系列)、原料总质量1%的豆油和原料总质量32%的水,进行捏合、真空练泥,练泥后常温陈腐24h;

[0090] 3、陈腐后,将泥料进行加压过筛,共过筛三遍,所用的筛网为生产4mil的陶瓷载体所淘汰的废旧成型模具,每遍的过筛压力均为18-20Mpa;加压过筛后,再将泥料进行真空过筛,共过筛三遍,所用筛网为金属筛网,筛网目数为250目,每遍的过筛压力均为16-18Mpa,每遍的真空度均为0.08-0.09Mpa。

[0091] 3、将真空过筛后的泥料重新练泥,然后挤出成型,得尺寸 $\Phi 330.2 \times 152.4$ mm,壁厚4mil的陶瓷载体生坯,将陶瓷载体生坯干燥,然后经100-120h升温到1425-1430℃烧成,然后保温8小时,得堇青石蜂窝陶瓷载体。

[0092] 对比例

[0093] 1、以径厚比为8:1、D50=20um-30um的片状氧化铝、D50=0.2um-0.6um的活性氧化镁、D50=4um-6um的电熔石英、D50=6-10um的片状滑石、D50=2-6um的生高岭土为原料,各原料用量为:片状氧化铝31.12%、活性氧化镁10.96%、电熔石英40.64%、片状滑石7.75%、生高岭土9.53%。

[0094] 2、参照专利CN104030720B的方法,按上述含量称取各原料,然后加入原料总质量6%的甲基纤维素,充分干混,干混后加入原料总质量0.8%的有机硅聚醚共聚物(比如道康宁的DC系列)、原料总质量1%的豆油和原料总质量33%的水,进行捏合、真空练泥;将泥料挤出成型,得尺寸 $\Phi 330.2 \times 152.4\text{mm}$,壁厚5mil的陶瓷载体生坯,将陶瓷载体生坯干燥,然后经160h升温到1415℃烧成,然后保温8小时,得堇青石蜂窝陶瓷载体。

[0095] 对上述实施例和对比例所得产品的合格率、软化温度和热膨胀系数进行计算和测试,结果见下表1。所述产品合格率指的是从挤出成型到烧成阶段得到的成型好、不开裂的合格产品占总的产品的概率。

[0096] 表1各实施例和对比例所得产品的产品缺陷率和热膨胀系数

[0097]

陶瓷载体产品	壁厚(mil)	产品合格率	软化温度	CTE(室温-800℃)
实施例1	4	80%	1420℃	$0.45 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例2	4	81%	1420℃	$0.51 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例3	4	75%	1420℃	$0.49 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例4	4	92%	1420℃	$0.39 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例5	4	95%	1420℃	$0.35 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例6	4	97%	1420℃	$0.34 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例7	4	100%	1420℃	$0.37 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例8	4	90%	1420℃	$0.40 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例9	4	92%	1420℃	$0.37 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例10	4	96%	1420℃	$0.36 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例11	4	96%	1420℃	$0.39 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例12	4	100%	1420℃	$0.32 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例13	4	100%	1420℃	$0.55 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例14	4	100%	1420℃	$0.48 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
实施例15	4	100%	1420℃	$0.25 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$
对比例1	5	100%	1360℃	$0.72 \times 10^{-6} \text{℃}^{-1}$

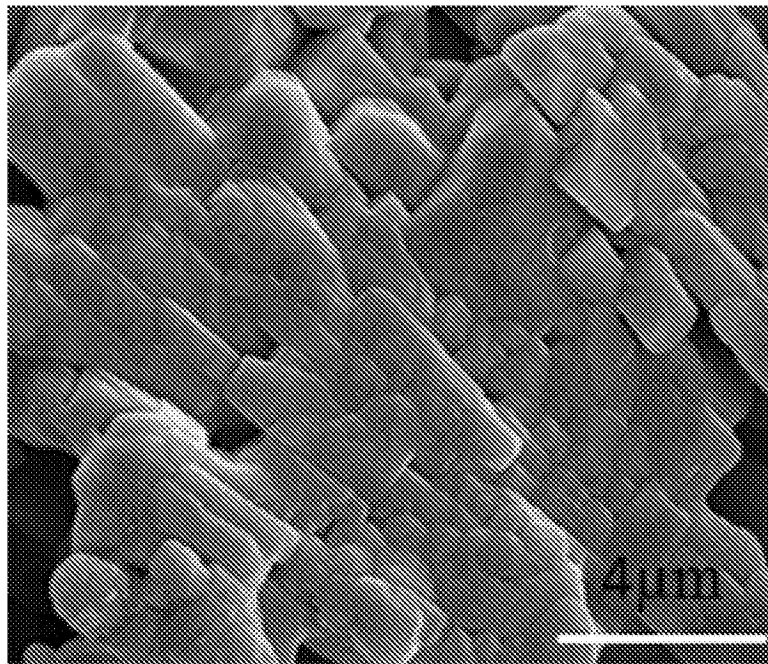


图1

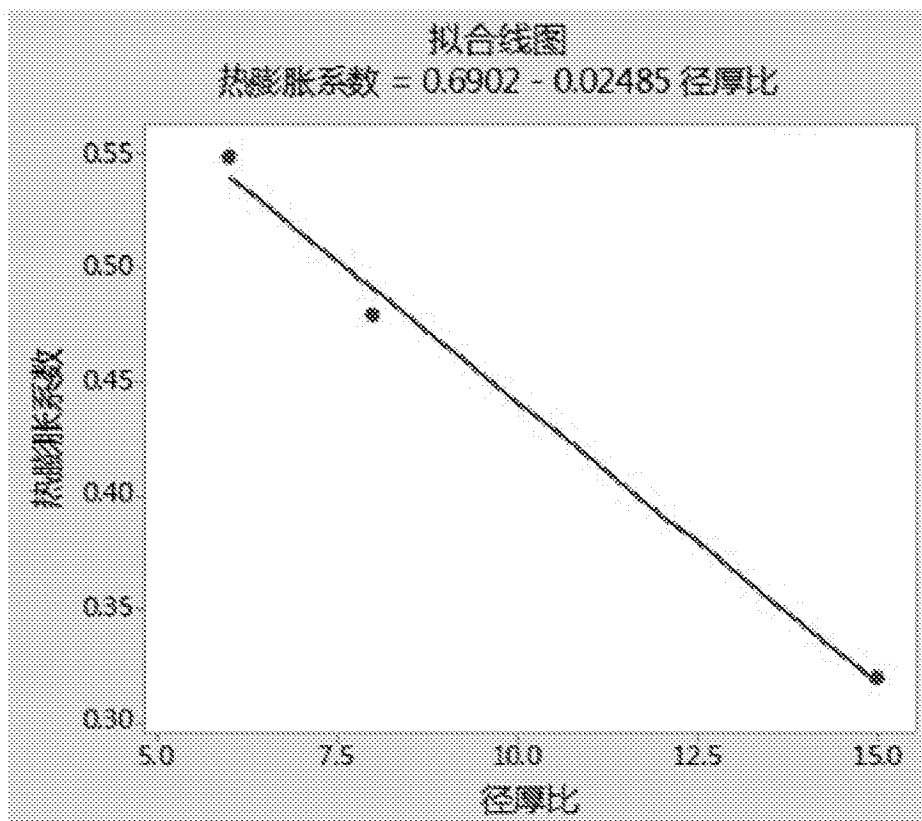


图2