



(10) **DE 10 2010 008 477 A1** 2010.09.23

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2010 008 477.8**

(22) Anmeldetag: **18.02.2010**

(43) Offenlegungstag: **23.09.2010**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **C04B 35/478** (2006.01)

**C04B 35/10** (2006.01)

**B01D 39/20** (2006.01)

**F01N 3/022** (2006.01)

(30) Unionspriorität:  
**2009-062949 16.03.2009 JP**

(71) Anmelder:  
**NGK Insulators, Ltd., Nagoya, Aichi, JP**

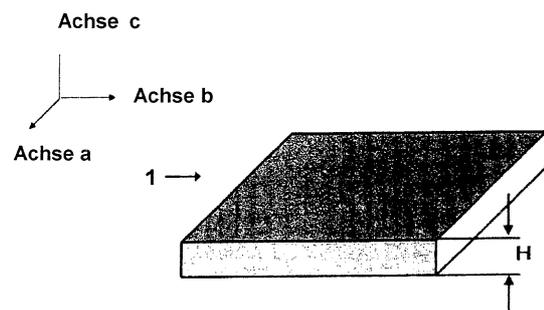
(74) Vertreter:  
**Lederer & Keller, 80538 München**

(72) Erfinder:  
**Noguchi, Yasushi, Nagoya, Aichi, JP; Kaneda, Atsushi, Nagoya, Aichi, JP; Inoue, Takayuki, Nagoya, Aichi, JP; Kusabe, Mariko, Nagoya, Aichi, JP**

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik**

(57) Zusammenfassung: Ein Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik, welches das Formen eines Rohmaterials zur Aluminiumtitanatbildung, enthaltend  $\text{Na}_2\text{O}$ -enthaltende  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen, unter Erhalt eines Formkörpers und dann Brennen des Körpers umfasst, wobei die  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen eine derartige Kristallstruktur haben, dass das Verhältnis des Durchschnittswertes der durchschnittlichen Länge in a-Achsen-Richtung und der durchschnittlichen Länge in b-Achsen-Richtung zu der durchschnittlichen Länge H in c-Achsen-Richtung 3 oder mehr beträgt.



**Beschreibung**

## HINTERGRUND DER ERFINDUNG

## Gebiet der Erfindung

**[0001]** Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik. Genauer gesagt, bezieht sich die vorliegende Erfindung auf ein Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik mit hervorragender Maßgenauigkeit.

## Beschreibung der verwandten Technik

**[0002]** Dieselpartikelfilter (nachstehend „DPF“ genannt) werden dazu verwendet, die Feststoffteilchen (nachstehend „PM“ genannt), die in dem von einem Kraftfahrzeug ausgestoßenen Abgas enthalten sind, einzufangen und zu entfernen. Da DPFs normalerweise bei hohen Temperaturen eingesetzt werden, wird bei der Herstellung von DPFs ein Material mit einem kleinen Wärmeausdehnungskoeffizienten und ausgezeichneter Temperaturwechselbeständigkeit, wie Cordierit oder Siliciumcarbid (SiC), verwendet.

**[0003]** Als das für einen solchen DPF verwendete Material hat in den letzten Jahren Aluminiumtitanat Aufmerksamkeit auf sich gezogen. Es gibt zum Beispiel eine Offenbarung eines Verfahrens zur Herstellung einer Keramikstruktur unter Verwendung eines Pulvers einer Mischzusammensetzung, umfassend mindestens 45 Masse-% einer Aluminiumquelle (enthaltend mindestens 5 Masse-% Böhmit) und mindestens 30 Masse-% Titaniumoxid (siehe zum Beispiel Patentedokument 1). Gemäß diesem Herstellungsverfahren kann eine Keramikstruktur mit kleinen Wärmeausdehnungskoeffizienten und ausgezeichneter Temperaturwechselbeständigkeit sowie Maßgenauigkeit bei relativ niedriger Temperatur hergestellt werden.

**[0004]** Des Weiteren gibt es eine Offenbarung eines Aluminiumtitanat-Keramikgegenstandes, der sich dadurch auszeichnet, dass er eine kristalline Hauptphase, bestehend aus Aluminiumtitanat- und Materialkomponenten, einschließlich Aluminium, Titanium, Silicium, Erdalkalimetalle und Seltenerdmetalle, umfasst (siehe zum Beispiel Patentedokument 2). Dieser Aluminiumtitanat-Keramikgegenstand hat einen geringen Wärmeausdehnungskoeffizienten, eine hohe Porosität und eine hohe Festigkeit.

Patentedokument 1: JP-A-2006-347793

Patentedokument 2: JP-A-2007-533591

## ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

**[0005]** Als das Rohmaterial für Aluminiumtitanat werden normalerweise jedoch künstliche Rohmaterialien wie Aluminiumoxid und Titandioxid verwendet, und es wird kein tonartiges Rohmaterial mit guter Formbarkeit verwendet. Wenn daher Aluminiumtitanat als ein Material für DPF verwendet wird und die Extrusion zu einer Wabenform durchgeführt wird, ist die Formbarkeit zu Formkörpern nicht immer gut und die Maßgenauigkeit des erhaltenen DPFs in einigen Fällen dürftig.

**[0006]** Des Weiteren ist bekannt, dass sich Aluminiumtitanat bei 800 bis 1.100°C in Aluminiumoxid und Titandioxid zersetzt. Die Zersetzung wird insbesondere unter einer reduzierenden Atmosphäre beschleunigt. Bei der Verwendung des Formkörpers als ein DPF ist der DPF einer reduzierenden Atmosphäre ausgesetzt, wenn der von dem DPF eingefangene Kohlenstoff verbrannt und entfernt wird; folglich muss der DPF über Zersetzungsbeständigkeit bei hoher Temperatur verfügen.

**[0007]** Die vorliegende Erfindung ist im Hinblick auf die oben erwähnten Probleme nach dem Stand der Technik getätigt worden. Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik mit ausgezeichneter Maßgenauigkeit.

**[0008]** Zur Erfüllung der obigen Aufgabe nahmen die betreffenden Erfinder eine Studie vor. Im Ergebnis wurde herausgefunden, dass die Aufgabe durch die Verwendung bestimmter  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen erfüllt werden kann. Diese Erkenntnis führte zur Vollendung der vorliegenden Erfindung.

**[0009]** Gemäß der vorliegenden Erfindung wird ein Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik geliefert, welches nachstehend gezeigt ist.

[1] Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik, welches das Formen eines Rohmaterials zur Aluminiumtitanatbildung, enthaltend  $\text{Na}_2\text{O}$ -enthaltende  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen, unter Erhalt eines Form-

körpers und dann Brennen des Körpers umfasst, wobei die  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen eine derartige Kristallstruktur haben, dass das Verhältnis des Durchschnittswertes der durchschnittlichen Länge in a-Achsen-Richtung und der durchschnittlichen Länge in b-Achsen-Richtung zu der durchschnittlichen Länge in c-Achsen-Richtung 3 oder mehr beträgt.

[2] Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik gemäß [1], wobei der durchschnittliche Teilchendurchmesser der  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen 6 bis 15  $\mu\text{m}$  beträgt.

[3] Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik gemäß [1] oder [2], wobei der Anteil an den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen, die in dem Rohmaterial zur Aluminiumtitanatbildung enthalten sind, 10 bis 60 Masse-% beträgt.

[4] Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik gemäß einem von [1] bis [3], wobei der Anteil an  $\text{Na}_2\text{O}$ , das in den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen enthalten ist, 0,01 bis 0,1 Masse-% beträgt.

[5] Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik gemäß einem von [1] bis [3], wobei der Anteil  $\text{Na}_2\text{O}$ , das in den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen enthalten ist, 0,01 bis 0,03 Masse-% beträgt.

[6] Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik gemäß einem von [1] bis [5], wobei der Formkörper eine Wabenstruktur hat.

**[0010]** Gemäß dem Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik der vorliegenden Erfindung kann eine Aluminiumtitanatkeramik mit ausgezeichneter Maßgenauigkeit hergestellt werden.

#### KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

**[0011]** [Fig. 1](#) ist eine schematische Darstellung, die ein Beispiel der Kristallstruktur von  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen zeigt.

**[0012]** [Fig. 2](#) ist eine perspektivische Darstellung, die ein Beispiel der Aluminiumtitanatkeramik, hergestellt durch das Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik der vorliegenden Erfindung, zeigt.

#### Beschreibung der Bezugswahlen

**1:**  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen, **2:** Aluminattitanatkeramik, **3:** Trennwand, **4:** Zelle und **H:** durchschnittliche Länge in c-Achsen-Richtung.

#### BESCHREIBUNG DER BEVORZUGTEN AUSFÜHRUNGSFORM

**[0013]** Nachstehend wird die Art der Durchführung der vorliegenden Erfindung beschrieben. Die vorliegende Erfindung ist jedoch nicht auf die folgende Ausführungsform beschränkt, und sie sollte so ausgelegt werden, dass der folgenden Ausführungsform basierend auf dem Allgemeinwissen des Fachmanns geeignete Veränderungen, Verbesserungen usw. zugefügt werden können, solange keine Abweichung vom Kern der vorliegenden Erfindung erfolgt, und auch die resultierenden Ausführungsformen in den Umfang der vorliegenden Erfindung fallen.

**[0014]** Das Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren, welches das Formen eines Rohmaterials zur Aluminiumtitanatbildung, enthaltend  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen (das Rohmaterial zur Aluminiumtitanatbildung wird hierin nachstehend als „Rohmaterial zur AT-Bildung“ bezeichnet), unter Erhalt eines Formkörpers und dann Brennen des Formkörpers umfasst. Genauer gesagt, ist es ein Verfahren, welches das Herstellen eines gekneteten Tons aus einem Rohmaterial zur AT-Bildung, das Formen des gekneteten Tons unter Erhalt eines Formkörpers, das Trocknen des Formkörpers und das Brennen des getrockneten Formkörpers bei 1.350 bis 1.500°C umfasst.

**[0015]** Das Rohmaterial zur AT-Bildung enthält  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen. Die Komponenten, die außer den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen in dem Rohmaterial zur AT-Bildung enthalten sind, umfassen ein Rohmaterial als Titandioxidquelle, ein Rohmaterial als Siliciumdioxidquelle, ein Rohmaterial als Magnesiumoxidquelle usw.

**[0016]** Die  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen weisen eine derartige Kristallstruktur auf, dass das Verhältnis (D/H) des Durchschnittswertes (D) der durchschnittlichen Länge in a-Achsen-Richtung und der durchschnittlichen Länge in b-Achsen-Richtung zu der durchschnittlichen Länge (H) in c-Achsen-Richtung 3 oder mehr beträgt, und enthalten  $\text{Na}_2\text{O}$ .

**[0017]** Der durchschnittliche Teilchendurchmesser der  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen beträgt bevorzugt 6 bis 15  $\mu\text{m}$ , stärker bevorzugt 8 bis 12  $\mu\text{m}$ . Liegt der durchschnittliche Teilchendurchmesser der  $\alpha$ -Aluminiumoxidteil-

chen in einem solchen Bereich, kann die erhaltene Aluminiumtitanatkeramik einen geeigneten durchschnittlichen Porendurchmesser haben. Ist der durchschnittliche Teilchendurchmesser kleiner als  $6\ \mu\text{m}$ , ist der durchschnittliche Porendurchmesser der Aluminiumtitanatkeramik klein, und bei der Verwendung der Aluminiumtitanatkeramik als ein DPF ist sein Druckabfall in einigen Fällen hoch. Wohingegen, wenn der durchschnittliche Teilchendurchmesser größer ist als  $15\ \mu\text{m}$ , der durchschnittliche Porendurchmesser der Aluminiumtitanatkeramik groß ist, und bei der Verwendung der Aluminiumtitanatkeramik als ein DPF, seine Wirksamkeit hinsichtlich des Einfangens von PM in einigen Fällen schlecht ist. Im Übrigen bezieht sich der durchschnittlich Teilchendurchmesser der  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen auf einen Wert von 50% Teilchendurchmesser, gemessen mit einem Laserdiffraktions-/streuungs-Korngrößen-Messgerät (zum Beispiel, „LA-920“ (Markenname), hergestellt von HORIBA, Ltd.), basierend auf dem Lichtstreuungsverfahren. Die Messung wird in einem Status durchgeführt, in dem die  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen vollständig in Wasser dispergiert sind.

**[0018]** Die  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen haben eine derartige Kristallstruktur, dass das Verhältnis (D/H) des Durchschnittswertes (D) der durchschnittlichen Länge in a-Achsen-Richtung und der durchschnittlichen Länge in b-Achsen-Richtung zu der durchschnittlichen Länge (H) in c-Achsen-Richtung 3 oder mehr, bevorzugt 5 oder mehr beträgt. Normalerweise sind  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen weitgehend in Teilchen mit einer tafelförmigen Kristallstruktur und Teilchen mit einer runden, sphärischen Kristallstruktur unterteilt. In der vorliegenden Erfindung werden  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen mit einer Kristallstruktur von 3 oder mehr D/H verwendet; das heißt, in der vorliegenden Erfindung werden  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen **1** mit einer tafelförmigen Kristallstruktur verwendet, gezeigt in [Fig. 1](#). Durch die Verwendung der  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen **1** mit einer Kristallstruktur von 3 oder mehr D/H, werden die tafelförmigen  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen **1** während der Bildung orientiert, wodurch die Formerhaltungsfähigkeit des erhaltenen Formkörpers hoch ist und eine Aluminiumtitanatkeramik mit ausgezeichneter Maßgenauigkeit erzeugt werden kann. Im Übrigen zeigt die c-Achsen-Richtung eine Richtung senkrecht zu der Fläche c [(006)-Fläche] der  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen **1**, in den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen **1**, wie in [Fig. 1](#) gezeigt; und die a-Achsen-Richtung und die b-Achsen-Richtung zeigen Richtungen, die sich an rechten Winkeln schneiden und senkrecht zur c-Achsen-Richtung verlaufen.

**[0019]** In [Fig. 1](#) ist die durchschnittliche Länge (H) in c-Achsen-Richtung in den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen **1** die durchschnittliche Dicke der  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen **1**, und ist der Durchschnittswert (D) der durchschnittlichen Länge in a-Achsen-Richtung und der durchschnittlichen Länge in b-Achsen-Richtung der Durchschnittswert der durchschnittlichen Breite in a-Achsen-Richtung und der durchschnittlichen Breite in b-Achsen-Richtung in den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen **1**. Im Übrigen können die durchschnittliche Dicke und die durchschnittlichen Breiten mit einem Elektronenmikroskop und Elektronenrückstreuungsdiﬀraktion (EBSD) gemessen werden.

**[0020]**  $\text{Na}_2\text{O}$  ist eine Verunreinigung, die zwangsläufig in den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen vorhanden ist. Der Anteil an  $\text{Na}_2\text{O}$ , das in den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen enthalten ist, beträgt bevorzugt 0,01 bis 0,1 Masse-%, stärker bevorzugt 0,01 bis 0,03 Masse-%. Mit einem solch kleinen Anteil an  $\text{Na}_2\text{O}$  kann die Zersetzung der Aluminiumtitanatkeramik bei hoher Temperatur und unter reduzierender Atmosphäre unterdrückt werden. Ist der Anteil an  $\text{Na}_2\text{O}$  höher als 0,1 Masse-%, kann die Zersetzung der Aluminiumtitanatkeramik bei hoher Temperatur und unter reduzierender Atmosphäre nicht unterdrückt werden.

**[0021]** Der Anteil der  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen, die in dem Rohmaterial zur AT-Bildung enthalten sind, beträgt bevorzugt 20 bis 70 Masse-%, stärker bevorzugt 30 bis 65 Masse-%, besonders bevorzugt 40 bis 60 Masse-%. Liegt der Anteil der  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen nicht in diesem Bereich, ist der Anteil an Aluminiumtitanat, das in der Aluminiumtitanatkeramik enthalten ist, nach dem Brennen gering und das Brennprodukt zeigt in einigen Fällen eine geringe Wärmebeständigkeit. Im Übrigen beträgt von allen  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen, die in dem Rohmaterial zur AT-Bildung enthalten sind, der Anteil der  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen mit einer derartigen Kristallstruktur, dass das Verhältnis (D/H) des Durchschnittswertes (D) der durchschnittlichen Länge in a-Achsen-Richtung und der durchschnittlichen Länge in b-Achsen-Richtung zu der durchschnittlichen Länge (H) in c-Achsen-Richtung 3 oder mehr beträgt, bevorzugt 10 Masse-% oder mehr. Ist der Anteil geringer als 10 Masse-%, verfügt der Formkörper in einigen Fällen über eine schlechtere Maßgenauigkeit.

**[0022]** Was das Rohmaterial als Titandioxidquelle betrifft, gibt es keine besondere Einschränkung, und das Rohmaterial als Titandioxidquelle umfasst zum Beispiel Rutil und Anatas. Der Anteil an dem Rohmaterial als Titandioxidquelle, der in dem Rohmaterial zur AT-Bildung enthalten ist, beträgt bevorzugt 15 bis 45 Masse-%, stärker bevorzugt 20 bis 40 Masse-%, besonders bevorzugt 25 bis 35 Masse-%. Liegt der Anteil an dem Rohmaterial als Titandioxidquelle nicht in diesem Bereich, ist der Anteil an Aluminiumtitanat, der in der Aluminiumtitanatkeramik enthalten ist, nach dem Brennen gering, und das Brennprodukt verfügt in einigen Fällen über eine geringe Wärmebeständigkeit.

**[0023]** Was das Rohmaterial als Siliciumdioxidquelle betrifft, gibt es keine besondere Einschränkung, und das Rohmaterial als Siliciumdioxidquelle umfasst zum Beispiel Siliciumdioxid, ein Mischoxid, das Siliciumdioxid enthält, und Substanzen, die nach dem Brennen in Siliciumdioxid umgewandelt werden. Als spezielle Beispiele für Substanzen, die nach dem Brennen in Siliciumdioxid umgewandelt werden, können Kieselglas, Kaolin, Mullit und Quarz genannt werden. Der Anteil des Rohmaterials als Siliciumdioxidquelle, der in dem Rohmaterial zur AT-Bildung enthalten ist, beträgt bevorzugt 1 bis 20 Masse-%, stärker bevorzugt 3 bis 15 Masse-%, besonders bevorzugt 5 bis 12 Masse-%. Ist der Anteil an dem Rohmaterial als Siliciumdioxidquelle kleiner als 1 Masse-%, verfügt das Brennprodukt in einigen Fällen über eine schlechtere Haltbarkeit. Wenn währenddessen der Anteil größer ist als 20 Masse-%, ist der Anteil an Aluminiumtitanat, der in der Aluminiumtitanatkeramik enthalten ist, nach dem Brennen gering und verfügt das Brennprodukt in einigen Fällen über eine schlechtere Wärmebeständigkeit.

**[0024]** Was das Rohmaterial als Magnesiumoxidquelle betrifft, gibt es keine besondere Einschränkung, und das Rohmaterial als Magnesiumoxidquelle umfasst zum Beispiel Magnesiumoxid, ein Mischoxid, das Magnesiumoxid enthält, und Substanzen, die nach dem Brennen in Magnesiumoxid umgewandelt werden. Als spezielle Beispiele für Substanzen, die nach dem Brennen in Magnesiumoxid umgewandelt werden, können Talk und Magnesit genannt werden.

**[0025]** Zur Herstellung eines gekneteten Tons wird dem Rohmaterial zur AT-Bildung ein Dispersionsmedium zugegeben, gefolgt von Kneten. Als das Dispersionsmedium wird beispielsweise Wasser oder ein gemischtes Lösungsmittel aus Wasser und einem organischen Lösungsmittel (z. B. Alkohol) verwendet. Im Übrigen können beim Kneten des Rohmaterials zur AT-Bildung und des Dispersionsmediums nach Bedarf Additive wie Porenbildner, organisches Bindemittel, Dispergiemittel und dergleichen zugegeben werden.

**[0026]** Als der Porenbildner kann bevorzugt zum Beispiel Kohlenstoff (z. B. Graphit), Weizenmehl, Stärke und Mikrokapseln, bestehend aus einem organischen Harz (z. B. Phenolharz, Polymethylmethacrylat, Polyethylen, Polyethylenterephthalat, wasserabsorbierendes Polymer oder Acrylharz), verwendet werden. Als das organische Bindemittel kann bevorzugt zum Beispiel Hydroxypropylmethylcellulose, Methylcellulose, Hydroxyethylcellulose, Carboxymethylcellulose und Polyvinylalkohol verwendet werden. Als das Dispergiemittel kann bevorzugt eine Substanz mit einer oberflächenaktiven Wirkung (z. B. Ethylenglycol, Dextrin, Fettsäureseife oder Polyalkohol) verwendet werden.

**[0027]** Das Kneten des Rohmaterials zur AT-Bildung und des Dispersionsmediums kann durch ein bekanntes Knetverfahren erfolgen. Bevorzugt wird ein Verfahren angewendet, bei dem das Kneten mit einer Scherkraft durchgeführt wird und ein Knetter mit einer hohen Rührkraft und Dispergierkraft verwendet wird, der den Rührstab bei einer hohen Geschwindigkeit von 500 U/min oder mehr, bevorzugt 1.000 U/min oder mehr bewegen kann. Durch ein solches Knetverfahren können Agglomerate von Feinteilchen, die zu Defekten von Aluminiumtitanatkeramik werden, pulverisiert werden, und diese verschwinden dadurch.

**[0028]** Ein Formkörper kann unter Verwendung des hergestellten gekneteten Tons gemäß einem bekannten Formungsverfahren wie Extrudieren, Pressformen oder dergleichen erhalten werden. Insbesondere beim Erhalt eines Formkörpers mit einer Wabenstruktur ist zum Beispiel das Extrudieren unter Verwendung einer Düse zur Bildung einer Wabenstruktur bevorzugt, wie in JP-A-2008-149595 offenbart. Nachdem der erhaltene Formkörper getrocknet wurde, wird bei einer Temperatur von 1.350 bis 1.500°C, bevorzugt 1.430 bis 1.470°C, gebrannt, wodurch eine Aluminiumtitanatkeramik erzeugt werden kann.

**[0029]** [Fig. 2](#) ist eine perspektivische Ansicht, die ein Beispiel der Aluminiumtitanatkeramik, hergestellt durch das Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik der vorliegenden Erfindung, zeigt. In [Fig. 2](#) ist die Aluminiumtitanatkeramik **2** eine säulenförmige Wabenstruktur mit mehreren Zellen **4**, die durch Trennwände **3** geteilt sind; die Form der Aluminiumtitanatkeramik, hergestellt durch das Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik der vorliegenden Erfindung, ist jedoch nicht darauf beschränkt. Die Form kann prismatisch oder eine Nicht-Wabenstruktur sein.

**[0030]** Die Porosität der Aluminiumtitanatkeramik beträgt bevorzugt 35 bis 70%, stärker bevorzugt 40 bis 68%, besonders bevorzugt 44 bis 65%. Ist die Porosität geringer als 35%, ist der Druckabfall der Aluminiumtitanatkeramik in einigen Fällen zu groß, wenn sie als ein DPF verwendet wird. Wenn hingegen die Porosität höher ist als 70%, ist die Festigkeit der Aluminiumtitanatkeramik in einigen Fällen unzureichend, wenn sie als ein DPF verwendet wird. Im Übrigen kann die Porosität durch Quecksilberintrusionstechnik mit einem Quecksilberporosimeter (hergestellt von Micromeritics) gemessen werden.

**[0031]** Der durchschnittliche Porendurchmesser der Aluminiumtitanatkeramik beträgt bevorzugt 6 bis 30  $\mu\text{m}$ , stärker bevorzugt 8 bis 25  $\mu\text{m}$ , besonders bevorzugt 10 bis 20  $\mu\text{m}$ . Ist der durchschnittliche Porendurchmesser kleiner als 6  $\mu\text{m}$ , ist der Druckabfall der Aluminiumtitanatkeramik in einigen Fällen zu groß, wenn sie als ein DPF verwendet wird. Wenn hingegen der durchschnittliche Porendurchmesser größer ist als 30  $\mu\text{m}$ , ist Wirksamkeit hinsichtlich des PM-Einfangens der Aluminiumtitanatkeramik in einigen Fällen zu gering, wenn sie als ein DPF verwendet wird. Im Übrigen kann der durchschnittliche Porendurchmesser mit einem Quecksilberporosimeter gemessen werden.

**[0032]** Der Wärmeausdehnungskoeffizient der Aluminiumtitanatkeramik beträgt bevorzugt  $1,5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  oder weniger, stärker bevorzugt  $1,2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  oder weniger, besonders bevorzugt  $0,9 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  oder weniger. Ist der Wärmeausdehnungskoeffizient größer als  $1,5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ , wird die Aluminiumtitanatkeramik durch starken Temperaturwechsel in einigen Fällen zerbrochen, wenn sie als ein DPF verwendet wird. Im Übrigen kann der Wärmeausdehnungskoeffizient basierend auf einem Verfahren gemessen werden, das im Kraftfahrzeugstandard, festgelegt von der Society of Automotive Engineers of Japan Inc. Standard Organization: Test Method for Ceramic monolithic carrier for catalyst for purification of Monolith Carrier for Automobile Exhaust Gas Purification Catalyst (JASO M 505-87) beschrieben ist.

**[0033]** Hat die Aluminiumtitanatkeramik eine zylindrische Form mit einem Durchmesser von 140 bis 160 mm und einer Gesamtlänge von 150 bis 200 mm, beträgt ihre Rundheit bevorzugt 1,5 mm oder weniger, stärker bevorzugt 1,0 mm oder weniger, besonders bevorzugt 0,7 mm oder weniger. Beträgt die Rundheit mehr als 1,5 mm, ist die Maßgenauigkeit der Aluminiumtitanatkeramik nicht gut. Im Übrigen bezieht sich in der vorliegenden Beschreibung die Rundheit auf die Differenz zwischen dem Höchstwert und dem Mindestwert des Außendurchmessers einer zylindrischen Aluminiumtitanatkeramik, wenn der Außendurchmesser der zylindrischen Aluminiumtitanatkeramik um die beiden Stirnflächen und am Mittelpunkt in Umfangsrichtung unter Verwendung eines Laserlängentestgerätes gemessen wurde.

**[0034]** Das Verhältnis bei der Zersetzung in Aluminiumoxid und Titandioxid (nachstehend wird das Verhältnis als „AT-Zersetzungsverhältnis“ bezeichnet) bei der Wärmebehandlung der Aluminiumtitanatkeramik beträgt bevorzugt 20% oder weniger, stärker bevorzugt 15% oder weniger, besonders bevorzugt 10% oder weniger. Ist das AT-Zersetzungsverhältnis höher als 20%, verfügt die Aluminiumtitanatkeramik in einigen Fällen über einen hohen Wärmeausdehnungskoeffizienten und eine schlechtere Temperaturwechselbeständigkeit.

#### Beispiele

**[0035]** Die vorliegende Erfindung wird nachstehend anhand von Beispielen genauer beschrieben. Die vorliegende Erfindung ist jedoch in keiner Weise auf diese Beispiele beschränkt. In den Beispielen und Vergleichsbeispielen basieren „Teile“ und „%“ auf Masse, sofern nicht etwas anderes angegeben ist. Die zur Messung der Eigenschaften eingesetzten Verfahren und die zur Bewertung der Eigenschaften eingesetzten Verfahren sind nachstehend aufgezeigt.

[Porosität (%)]

**[0036]** Die wahre relative Dichte einer Aluminiumtitanatkeramik wurde mit  $3,5 \text{ g/cm}^3$  angenommen: das Gesamtporenvolumen der Aluminiumtitanatkeramik wurde unter Verwendung eines Quecksilberporosimeters, hergestellt von Micromeritics, ermittelt; und die Porosität der Aluminiumtitanatkeramik wurde aus der wahren relativen Dichte und dem Gesamtporenvolumen errechnet.

[Durchschnittlicher Porendurchmesser ( $\mu\text{m}$ )]

**[0037]** Der durchschnittliche Porendurchmesser wurde unter Verwendung eines Quecksilberporosimeters, hergestellt von Micromeritics, gemessen.

[Wärmeausdehnungskoeffizient ( $\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ )]

**[0038]** Der Wärmeausdehnungskoeffizient wurde basierend auf einem Verfahren, beschrieben in Kraftfahrzeugstandard, festgelegt von der Society of Automotive Engineers of Japan Inc. Standard Organization: Test Method for Ceramic monolithic carrier for catalyst for purification of Monolith Carrier for Automobile Exhaust Gas Purification Catalyst (JASO M 505-87), gemessen.

[Rundheit (mm)]

**[0039]** Für eine Aluminiumtitanatkeramik mit einem Durchmesser von 144 mm und einer Gesamtlänge von 152 mm wurde die Messung an Punkten, 10 mm entfernt von den beiden Stirnflächen, und am Mittelpunkt durchgeführt. Die Außendurchmesser an diesen Messpunkten wurden in der Umfangsrichtung unter Verwendung eines Laserlängentestgerätes gemessen, und die Differenz zwischen dem Höchstwert und dem Mindestwert der gemessenen Außendurchmesser wurde als die Rundheit der Aluminiumtitanatkeramik angenommen. Ist die Differenz kleiner, verfügt die Aluminiumtitanatkeramik über eine bessere Maßgenauigkeit.

[AT-Zersetzungsverhältnis (%)]

**[0040]** Eine Aluminiumtitanatkeramik wurde unter Ar-Atmosphäre bei 950°C für 8 Stunden wärmebehandelt. Das AT-Zersetzungsverhältnis der Aluminiumtitanatkeramik wurde aus den Röntgenbeugungsintensitäten der Aluminiumtitanatkeramik vor und nach der Wärmebehandlung berechnet. Im Übrigen wurde die Röntgenbeugungsintensität an den Kristallflächen (101), (230) und (200) der Aluminiumtitanatkeramik gemessen; die Reduktionsverhältnisse der Röntgenbeugungsintensität in einzelnen Flächen wurde errechnet; und der Durchschnitt der Reduktionsverhältnisse wurde als das AT-Zersetzungsverhältnis der Aluminiumtitanatkeramik angenommen.

(Beispiel 1)

**[0041]** 3% Methylcellulose wurden einem Rohmaterial zur Aluminiumtitanatbildung zugegeben, das 57,1%  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen (mit einem Verhältnis (D/H) des Durchschnittswertes (D) der durchschnittlichen Länge in a-Achsen-Richtung und der durchschnittlichen Länge in b-Achsen-Richtung zu der durchschnittlichen Länge (H) in c-Achsen-Richtung von 5 und einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 10  $\mu\text{m}$ ), 32,5% Titandioxid, 6,4% Siliciumdioxid, 0,4% Magnesiumoxid, 3,4% Eisenoxid, 0,2% Lanthan und 1,5% eines wasserabsorbierenden Polymers (als ein Porenbildner) enthielt. Das Gemisch wurde zur Herstellung eines gekneteten Tons geknetet. Der hergestellte geknetete Ton wurde unter Erhalt eines Formkörpers mit einer zylindrischen Wabenstruktur extrudiert. Nachdem der Formkörper getrocknet worden war, wurde der Formkörper in Längsrichtung auf die vorgesehene Größe geschnitten und versiegelt und dann für 4 Stunden bei 1.450°C gebrannt, wodurch eine Aluminiumtitanatkeramik mit einer zylindrischen Wabenstruktur mit einem Durchmesser von 144 mm und einer Gesamtlänge von 152 mm, einer Trennwanddicke von 75  $\mu\text{m}$  und einer Zelldichte von 46,5 Zellen/cm<sup>2</sup> erzeugt wurde. Die Aluminiumtitanatkeramik hatte eine Porosität von 50%, einen durchschnittlichen Porendurchmesser von 15  $\mu\text{m}$ , einen Wärmeausdehnungskoeffizienten von  $0,5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ , eine Rundheit von 0,5 mm und ein AT-Zersetzungsverhältnis von 5%. Im Übrigen enthielten die  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen Na<sub>2</sub>O in einer Menge von 0,027%.

(Beispiele 2 bis 8 und Vergleichsbeispiel 1)

**[0042]** Auf dieselbe Weise wie in Beispiel 1, außer dass Rohmaterialien zur Aluminiumtitanatbildung verwendet wurden, deren Formulierung in Tabelle 1 gezeigt ist, wurden Aluminiumtitanatkeramiken hergestellt. Die Eigenschaften der hergestellten Aluminiumtitanatkeramiken sind in Tabelle 2 gezeigt.

Tabelle 1

		α-Aluminiumoxidteilchen				Anteile der Komponenten, enthalten in dem Rohmaterial zur Aluminiumtitratbildung (Masse-%)							
D/H	durchschnittlicher Teilchendurchmesser (µm)	Anteil an Na <sub>2</sub> O (Masse-%)	α-Aluminium- oxidteilchen	Titan- dioxid	Silicium- dioxid	Magnesi- umoxid	Eisen- oxid	Strontium- carbonat	Calcium- carbonat	Lanthan	Poren- bildner		
Bsp. 1	5	0,027	57,1	32,5	6,4	0,4	3,4	-	-	0,2	1,5		
Bsp. 2	4,5	0,027	57,1	32,5	6,4	0,4	3,4	-	-	0,2	1,5		
Bsp. 3	10	0,050	57,1	32,5	6,4	0,4	3,4	-	-	0,2	1,5		
Bsp. 4	20	0,100	57,1	32,5	6,4	0,4	3,4	-	-	0,2	1,5		
Bsp. 5	5	0,027	48,8	29,1	10,2	-	-	10,8	0,9	0,2	1,5		
Bsp. 6	20	0,027	30,0	32,5	6,4	0,4	3,4	-	-	0,2	3		
	1,5	0,250	27,1										
Bsp. 7	20	0,027	10,0	32,5	6,4	0,4	3,4	-	-	0,2	-		
	1,5	0,250	47,1										
Bsp. 8	8	0,010	57,1	32,5	6,4	0,4	3,4	-	-	0,2	5		
Vgl.- bsp. 1	1,5	0,250	57,1	32,5	6,4	0,4	3,4	-	-	0,2	1,5		

Tabelle 2

	Porosität (%)	durchschnittlicher Porendurchmesser ( $\mu\text{m}$ )	Wärmeausdehnungskoeffizient ( $\times 10^{-6}\text{°C}$ )	Rundheit (mm)	AT-Zersetzungsverhältnis (%)
Beispiel 1	50	15	0,5	0,5	5
Beispiel 2	49	14	0,6	0,5	5
Beispiel 3	51	16	0,4	0,4	7
Beispiel 4	51	15	0,4	0,4	8
Beispiel 5	50	13	0,3	0,5	4
Beispiel 6	57	18	0,7	0,7	10
Beispiel 7	44	10	0,2	0,9	15
Beispiel 8	65	20	0,9	0,6	2
Vergleichsbeispiel 1	50	10	0,4	1,7	30

**[0043]** Wie aus Tabelle 2 ersichtlich, kann durch einen hohen Anteil an  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen mit einer derartigen Kristallstruktur, dass das Verhältnis (D/H) des Durchschnittswertes (D) der durchschnittlichen Länge in a-Achsen-Richtung und der durchschnittlichen Länge in b-Achsen-Richtung zu der Länge (H) in c-Achsen-Richtung 3 oder mehr beträgt, die erhaltene Aluminiumtitanatkeramik eine kleine echte Rundheit haben, das heißt, eine ausgezeichnete Maßgenauigkeit. Außerdem kann durch eine geringe Menge an  $\text{Na}_2\text{O}$ , das in den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen enthalten ist, das AT-Zersetzungsverhältnis der erhaltenen Aluminiumtitanatkeramik unterdrückt werden.

**[0044]** Gemäß dem Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik der vorliegenden Erfindung kann ein DPF, verwendet zur Reinigung des Abgases, das aus einem Automobil ausgestoßen wird usw., mit hoher Maßgenauigkeit hergestellt werden.

**ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**Zitierte Patentliteratur**

- JP 2006-347793 A [\[0004\]](#)
- JP 2007-533591 A [\[0004\]](#)
- JP 2008-149595 A [\[0028\]](#)

**Zitierte Nicht-Patentliteratur**

- Kraftfahrzeugstandard, festgelegt von der Society of Automotive Engineers of Japan Inc. Standard Organization: Test Method for Ceramic monolithic carrier for catalyst for purification of Monolith Carrier for Automobile Exhaust Gas Purification Catalyst (JASO M 505-87) [\[0032\]](#)
- Kraftfahrzeugstandard, festgelegt von der Society of Automotive Engineers of Japan Inc. Standard Organization: Test Method for Ceramic monolithic carrier for catalyst for purification of Monolith Carrier for Automobile Exhaust Gas Purification Catalyst (JASO M 505-87) [\[0038\]](#)

**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik, welches das Formen eines Rohmaterials zur Aluminiumtitanatbildung, enthaltend  $\text{Na}_2\text{O}$ -enthaltende  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen, unter Erhalt eines Formkörpers und dann Brennen des Körpers umfasst, wobei die  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen eine derartige Kristallstruktur haben, dass das Verhältnis des Durchschnittswertes der durchschnittlichen Länge in a-Achsen-Richtung und der durchschnittlichen Länge in b-Achsen-Richtung zu der durchschnittlichen Länge in c-Achsen-Richtung 3 oder mehr beträgt.
2. Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik nach Anspruch 1, wobei der durchschnittliche Teilchendurchmesser der  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen 6 bis 15  $\mu\text{m}$  beträgt.
3. Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Anteil an den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen, die in dem Rohmaterial zur Aluminiumtitanatbildung enthalten sind, 10 bis 60 Masse-% beträgt.
4. Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei der Anteil an  $\text{Na}_2\text{O}$ , das in den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen enthalten ist, 0,01 bis 0,1 Masse-% beträgt.
5. Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei der Anteil  $\text{Na}_2\text{O}$ , das in den  $\alpha$ -Aluminiumoxidteilchen enthalten ist, 0,01 bis 0,03 Masse-% beträgt.
6. Verfahren zur Herstellung einer Aluminiumtitanatkeramik nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei der Formkörper eine Wabenstruktur hat.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

FIG.1

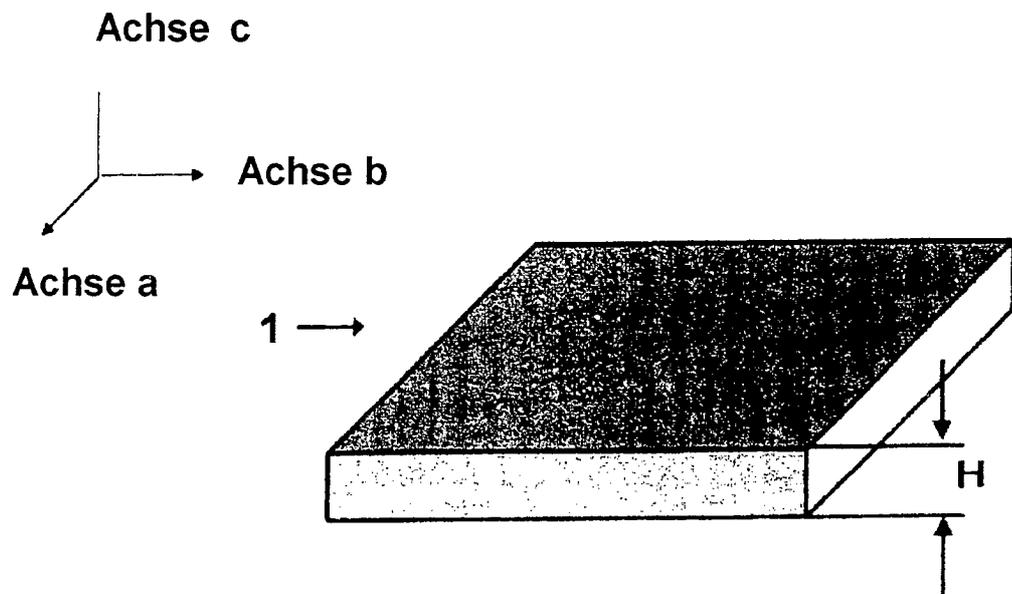


FIG.2

