

Bewertung von Porositätsparametern in Cordierit-Diesel-Partikelfilter-Materialien mit fortgeschrittenen Röntgenverfahren und statistischer Analyse

Giovanni BRUNO, Manfred P. HENTSCHEL, Yener ONEL, Axel LANGE,
Andreas KUPSCH, Thomas WOLK, Andreas STAUDE, Karsten EHRIG,
Bernd R. MÜLLER

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung, 12200 Berlin

Kurzfassung. Bikontinuierliche poröse Keramiken für Filteranwendungen weisen eine komplizierte Mikrostruktur auf, in der Poren und Festkörperphase „vermischt“ sind. Mechanische, thermische sowie Filtereigenschaften können nur präzise bestimmt werden, wenn die Morphologie beider Phasen quantitativ angegeben werden kann. Hier werden unter Anwendung von 3D Computertomographie (CT) und verschiedenen Techniken, die auf der Röntgenrefraktion basieren, die Porosität und die Porenorientierung in keramischen Cordierit-Dieselpartikelfiltern bewertet. Dabei werden zur Auswertung der Tomogramme die Fouriertransformierten sowie eine neu entwickelte richtungssensitive Bildanalyse (DIVA, directional interface variance analysis) angewandt. Sowohl die genannten Messtechniken als auch der statistische Ansatz gestatten die Extraktion optional orts aufgelöster oder gemittelter Werte. Es ergeben sich sehr gute Übereinstimmungen der experimentell ermittelten Porositätswerte mit Ergebnissen aus Quecksilberintrusionsversuchen als auch der ermittelten Porenorientierung im Vergleich zu publizierten Angaben zur kristallographischen Textur. Dies legt den Schluss nahe, dass die Kenntnis der Grenzflächen (zwischen Poren und Materie) genügt, die morphologischen Eigenschaften solcher Materialien hinreichend zu beschreiben.

Einführung

Keramische Materialien aus porösem synthetischem Cordierit werden seit über 20 Jahren industriell erfolgreich als Filter eingesetzt. Ihre hauptsächlichen Anwendungen werden in zahlreichen Studien beschrieben [1]. Neben der Zellgeometrie hängen sowohl Filter- als auch mechanische Eigenschaften stark von der Mikrostruktur des Materials ab [2]. Vier Einflussfaktoren bestimmen das Verhalten dieser Materialien wesentlich: a) die Mikrorissbildung; b) die Porosität; c) die kristallographische und d) die morphologische Textur (d.h. Korngrößen und -orientierungen) [3].

Die Texturfaktoren der extrudierten Diesel-Partikel-Filter (DPF) liegen in der Größenordnung 1.2-1.3 [4]. Diese Vorzugsorientierung der Körner führt zu einer sehr geringen axialen thermischen Ausdehnung und damit zu einer großen Temperaturwechselbeständigkeit [5]. Die Anisotropie der thermischen Ausdehnung wird in vielen Technologiebereichen genutzt, um gezielt anwendungsoptimierte thermische und



mechanische Eigenschaften einzustellen [6]. Allgemein gilt, dass Porosität und Porenmorphologie die effektiven mechanischen Eigenschaften poröser Keramiken bestimmen [7]. Poren- und Kornorientierung sind wesentliche Parameter für aktuelle Modellrechnungen, mit denen mechanische und Filtereigenschaften angegeben werden können [8]. Die Porosität allein kann in einfacher Weise durch Quecksilberintrusion oder Röntgenabsorption experimentell bestimmt werden [9], ist aber nicht hinreichend, die Mikrostruktur des Materials vollständig zu beschreiben. Die Porenform und/oder –orientierung kann aus Eindringtechniken nicht abgeleitet werden, da diese von zylindrischen Poren ausgehen. Dies ist insbesondere im vorliegenden Fall eines bikontinuierlichen Materials mit fast ausschließlich offener Porosität ungeeignet.

Um die Porenorientierung zu bestimmen, werden bislang meist rasterelektronen-mikroskopische (REM) Aufnahmen verwendet [10]. Allerdings hat diese Technik den Mangel, dass lediglich ein sehr kleiner Bildausschnitt betrachtet werden kann. Da nur 2-dimensionale Informationen verarbeitet werden, können keine stereologischen Korrekturen für komplexe bzw. irreguläre Porenformen, wie sie in DPFs auftreten, angewandt werden.

Die Nutzung der (Röntgen-) Computertomographie [11] ist ein modernes Mittel, die volle 3D-Information über große Volumenbereiche zu detektieren. Allerdings sind zur quantitativen Bestimmung der Porenorientierung geeignete statistische Analysewerkzeuge notwendig (wie sie beispielsweise zur Ermittlung der Filterpermeabilität bereits genutzt werden [12]). Die Röntgen-Refraktometrie ist eine Methode zur Strukturcharakterisierung, die auf der (strahlenoptischen) Brechung von Röntgenstrahlen beruht. Sie wurde in verschiedenen Untersuchungen eingesetzt, um die spezifische (innere) Oberfläche quantitativ anzugeben [9].

In dieser Studie zeigen wir, wie aus Röntgenrefraktion-Topographie und Computertomographie zusammen mit herkömmlicher Bildauswertung und statistischer Analyse quantitative Aussagen über die Porenorientierung in DPFs getroffen werden können, ohne Annahmen über die Porenmorphologie zu machen.

1. Materialien

Hier werden Untersuchungen an zwei kommerziellen keramischen Cordierit ($2\text{Al}_2\text{O}_3 * 2(\text{Mg,Fe})\text{O} * 5\text{SiO}_2$, $\rho = 2.55 \text{ g/cm}^3$) Filtern (DPF) vorgestellt. Aus den Honeycomb-Strukturen (Abb. 1, links) wurden flächige Proben (Einzelwände, Fläche 50 mm^2 bis 1 cm^2) und kleine “Würfel” mit einem Volumen von etwa 1 cm^3 (bestehend aus einigen Honeycomb-Zellen) präpariert. Details zur Herstellung sind in der Literatur beschrieben [13]. Ähnliche Materialien wurden bereits in anderen Studien charakterisiert [14, 15].

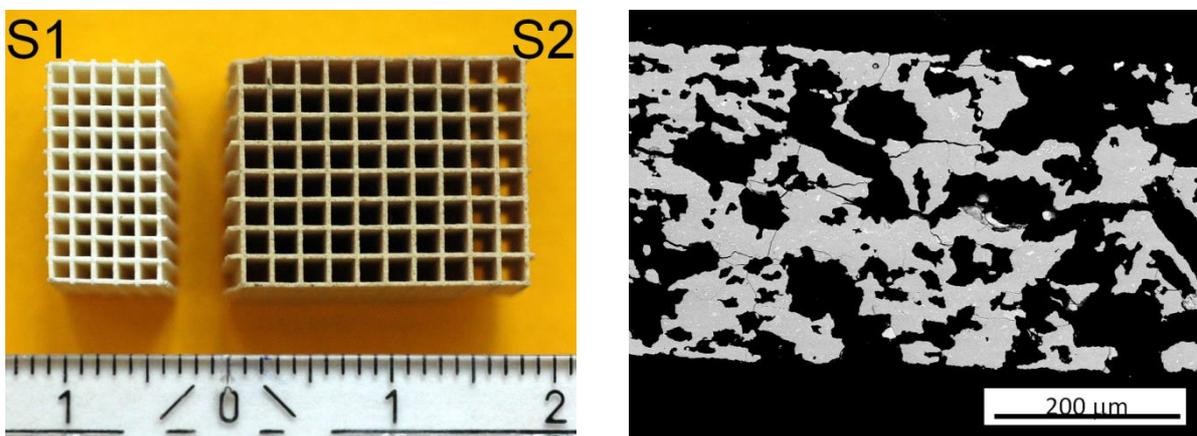


Abb. 1: Photographie der Proben S1 (weiß) und S2 (hellbraun), Längenskala in mm (links) und typische Mikrostruktur in Cordierit DPFs (REM-Aufnahme, rechts).

Voruntersuchungen mittels Quecksilberintrusion (Autopore 9200 Micromeritics, Norcross, GA, USA) ergaben für die hier untersuchten Proben S1 und S2 62% bzw. 50% Porosität sowie mittlere Porendurchmesser von 10 μm bzw. 18 μm . Die thermischen Ausdehnungskoeffizienten ($RT < T < 1000^\circ\text{C}$) betragen 1.1 bzw. $0.6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (Netzsch DIL 402C Dilatometer). Eine typische Mikrostruktur dieser Proben zeigt das REM-Bild in Abb. 1 (rechts).

2. Experimentelles

2.1 Röntgenrefraktion

In völliger Analogie zum sichtbaren Licht werden Röntgenstrahlen gemäß dem Snelliusschen Gesetz gebrochen. Der Hauptunterschied zum sichtbaren Licht sind Brechungsindizes n geringfügig kleiner als Eins. Dies bedingt einerseits sehr kleine Brechungswinkel (einige Bogenminuten) und verursacht andererseits eine Umkehrung der geometrischen Brechung (z.B. wirken konkave Objekte fokussierend). Während die Porosität ein erhöhtes Transmissionssignal verursacht, steigt das Refraktionssignal mit wachsender (innerer) spezifischer Oberfläche. Die experimentelle Ausrüstung besteht aus einer Feinstruktur-Röntgenröhre mit monochromatischer Strahlung, einer kommerziellen Kratky-Kleinwinkel-Streukammer und zwei Szintillationsdetektoren. Dies gestattet die simultane Detektion der Refraktionsintensität I_R und der Probenabsorption I_A (Abb. 2).

Sind der lineare Schwächungskoeffizient μ und die Probendicke d bekannt, folgt aus den Transmissionsintensitäten I_A (mit Probe) und I_{A0} (ohne Probe) die Porosität p :

$$\mu \cdot d = \ln(I_{A0} / I_A) / (1 - p) \quad (1)$$

Das Refraktionssignal gestattet die Bestimmung des Refraktionswertes C_m :

$$C_m \cdot d = \frac{I_R / I_{R0}}{I_A / I_{A0}} - 1 \quad (2)$$

C_m stellt ein relatives Maß für die (innere) spezifische Oberfläche Σ dar. Im Fall der DPFs, wird die innere Oberfläche von den Porenoberflächen dominiert, enthält jedoch ebenso Anteile von Mikrorissen und Korngrenzen.

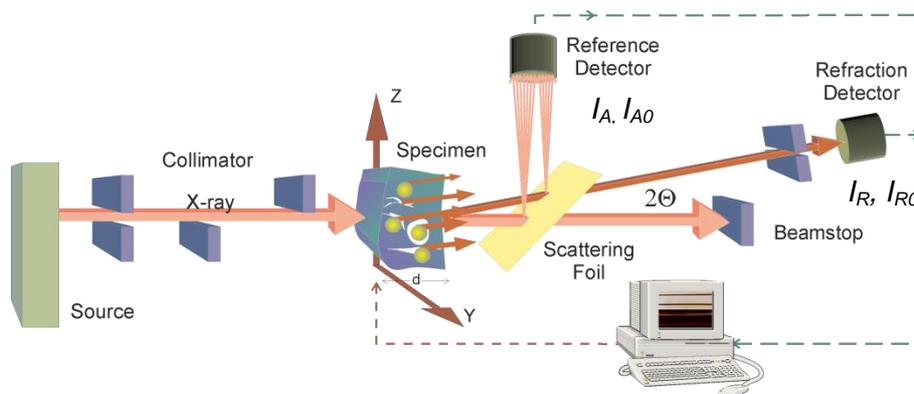


Abb. 2: Prinzip der (Labor)-Röntgen-Refraktionsmessung; die Probe wird entlang den Translationachsen Y und Z gescannt. Für die 2D-Refraktions-Tomographie wird um die Y -Achse gedreht und entlang Z gescannt.

2.2 Refraktions-Topographie und Synchrotron-Refraktions-Radiographie

Das Refraktionssignal wird integral über die Probendicke ermittelt. Durch 2-dimensionales Rastern der Proben (entlang Y und Z in Abb. 2) können I_R und I_A und mithin die Größen Porosität p und die spezifische Oberfläche Σ jedoch als Mittelwert über die Tiefe *lateral orts aufgelöst* bestimmt werden. Die Ortsauflösung wird im Wesentlichen durch den Einstrahlquerschnitt (hier: $400\ \mu\text{m} \times 400\ \mu\text{m}$) limitiert. Die Messzeit pro Punkt liegt bei 1 Sekunde. In Analogie zu den beschriebenen Labormessungen wurden an der BAMline (BESSY II des Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie (HZB)) [16] „Refraktions-Radiographien“ mit monochromatischer paralleler Synchrotronstrahlung aufgenommen. Nach dem DEI (Diffraction Enhanced Imaging [17]) Prinzip wurde die gesamte Probe (ohne Rastern) über einen Analysekrystall direkt auf einen Flächendetektor abgebildet. Wird der Analysekrystall geringfügig aus seiner idealen Reflexionsstellung ausgelenkt, erscheinen jene Probenorte als hell (hohe Intensität), deren gebrochene Strahlungskomponenten die Reflexionsbedingung im Kristall *lokal* besser erfüllen als die Primärstrahlung.

2.3 2D-Refraktions-Tomographie

Über die rasternde Refraktionstopographie hinaus, wird eine horizontale Rotationsachse ($\parallel Y$, senkrecht zum Primärstrahl, siehe Abb.2) benutzt, um planare Refraktionstomogramme (d.h. 2-dimensional in der X - Z -Ebene) zu erzeugen [18]. Da der horizontale des Primärstrahls etwa 1.5 mm beträgt, geht diese Integration (entlang der Extrusionsrichtung) in die rekonstruierten 2D-Schichten ein. Die Messzeit für eine Ebene beträgt typischerweise einige Stunden. Hier wurden 5 parallele Ebenen gemessen, ohne dass zwischen ihnen nennenswerte Unterschiede auftraten.

2.4 μ - und Synchrotron-Computer-Tomographie

μ -CT-Experimente im Labormaßstab werden mit einem Tomographiegerät v|tome|x L 300/180 (GE Inc.) ausgeführt ($U = 60\ \text{kV}$, $I = 150\ \mu\text{A}$, Detektor: DXR-250 (2000 \times 2000 pixel, GE Inc.). Die effektive Pixelgröße beträgt $7\ \mu\text{m}$ (Abstand Quelle-Probe 17.5 mm, Quelle-Detektor 1000 mm). Mit einem Winkelinkrement von 0.25° wurden 1440 Projektionen über 360° aufgenommen und jeweils 3 Sekunden belichtet. Aus dem Honeycomb-Verbund wurden Teile mit 2×2 Zellen präpariert.

Synchrotron-CT-Messungen werden an der BAMline [16] durchgeführt. Dabei kommt ein Optique Peter Mikroskop mit einem CdWO_4 -Szintillatorschirm, einem 10-fach vergrößernden Objektiv und einer pco.4000 CCD-Kamera (4008 \times 2672 Pixel) zum Einsatz. Die effektive Pixelgröße beträgt $0.434\ \mu\text{m}$. Die Strahlenergie wurde zu 15 keV, gewählt, um einen optimalen Kontrast für die Porenstruktur zu erhalten. 3200 Projektionen wurden über einen Sektor von 360° aufgenommen und jeweils 4 Sekunden belichtet. Der geringe Abstand Probe-Detektor (15 mm) sollte die Abbildung refraktiver Kantenartefakte minimieren.

3. Ergebnisse

Die Refraktions-Topogramme der Einzelwände beider Proben führen zur orts aufgelösten Darstellung der normierten Refraktionswerte C_m/μ (d.h. der spezifischen Oberfläche) in

zwei Orientierungen (Abb. 3). Die jeweiligen Mittelwerte sind in Tab. 1 aufgeführt. Die 2D-Abbildungen deuten darauf hin, dass die normierten Defektoberflächen homogen verteilt sind.

Die Probe S2 weist eine größere Streuung der spezifischen Oberfläche auf, was in der Sprechweise der klassischen Quecksilberintrusion auf eine breitere Porengrößenverteilung schließen lässt. Tatsächlich zeigen die Quecksilberintrusions-Diagramme eine geringere Halbwertsbreite der Porengrößenverteilung für die Probe S1 [19]. Die Refraktionsmessungen erbringen zwei wesentliche Informationen:

- Die Defektoberflächen sind in beiden Proben vorzugsweise *entlang* der Extrusionsrichtung ausgerichtet. Der Grad der Anisotropie ist in beiden Proben ähnlich und entspricht den Werten der kristallographischen Textur sowie EBSD (electron backscattering diffraction) Ergebnissen [20]; Untersuchungen der Porosität und der festen Phasen sind also gleichwertig.
- Die Porenmikrostruktur (insbesondere die Porenmorphologie) der beiden Proben ist trotz den oben erwähnten Größenunterschieden ähnlich.

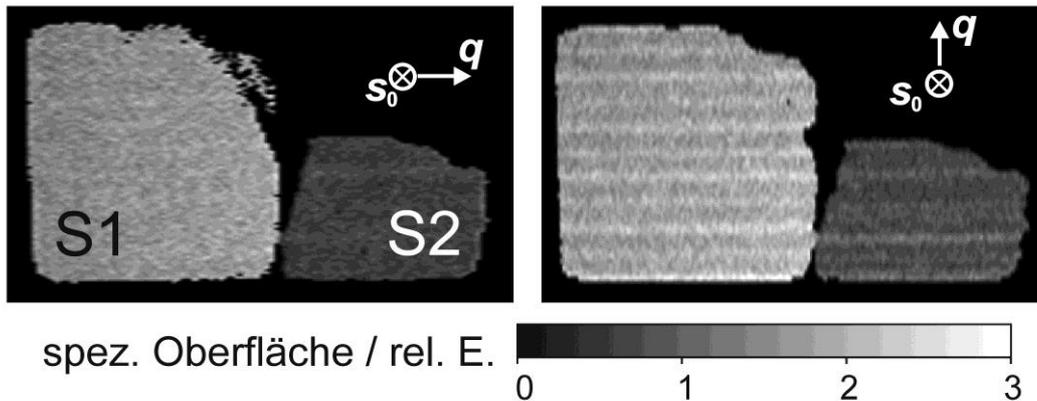


Abb. 3: Topogramme des Quotienten aus dem Refraktionswert, $C_m d$, und der Absorption, μd , welche die (massebezogene) spezifische Oberfläche der Proben S1 und S2 in zwei Orientierung bzgl. der Streurichtung \mathbf{q} angeben (links: \mathbf{q} parallel zur Extrusionsrichtung, rechts: \mathbf{q} senkrecht zur Extrusionsrichtung; \mathbf{s}_0 bezeichnet die Richtung der Primärstrahlung).

Der Vergleich der Labor-Refraktions-Untersuchungen mit den Synchrotron-Refraktions-Radiogrammen bestätigt den experimentellen Befund der anisotropen Porenmorphologie (Oberflächenorientierung). Der Quotient der spezifischen Oberfläche parallel und senkrecht zur Extrusionsrichtung zeigt ähnliche Werte. Die geringen Abweichungen sind durch die veränderte Messanordnung zu erklären: in der DEI-Aufstellung wird pro Einzelbild nur kleiner Bereich von Streuwinkeln akzeptiert. Die 2D-Refraktions-Tomographie erbringt eine annähernd homogene Verteilung der Dicht bzw. Porosität über den Probenquerschnitt [19].

Zur 3D-Rekonstruktion der räumlichen (3D) Masseverteilung in den DPF-Proben aus den (*Labor-*) μ -CT-Daten im Kegelstrahl wird ein (Standard) Feldkamp-David-Kress-Algorithmus [21] benutzt. Die *Synchrotron*-CT-Daten im Parallelstrahl werden mit einer BAM-Version der Gefilterten Rückprojektion berechnet [22]. Die folgende Bildverarbeitung ergibt Mittelwerte der Porosität von 65 % (± 1 %) für Probe S1 und 52% (± 2 %) für Probe S2.

3.1 Analyseprozeduren

3.1.1 FFT-Analyse

Um die Erkennbarkeit einer Vorzugsorientierung der Poren zu erhöhen, werden die 2D-Fourier-Transformierten (FFT) der rekonstruierten Ebenen berechnet und die Differenz zur um 90° verdrehten Kopie gebildet [3]. Abb. 4 (links) zeigt eine aus Synchrotrondaten rekonstruierte Schicht der Probe S2. Die FFT Amplitude wird für jeden Polarwinkel *radial* zwischen zwei vorgewählten Werten integriert (Abb. 4, Mitte), um eine Funktion des Orientierungswinkels zu erhalten (Abb. 4, rechts). Diese Prozedur wird auf alle rekonstruierten Schichten über die Wanddicke angewandt und zeigt für die μ -CT-Daten, dass die Vorzugsorientierung stets in die Extrusionsrichtung weist, während in den Synchrotrondaten eine Variation von $\pm 20^\circ$ beobachtet wird. Dieser scheinbare Widerspruch kann mit den verschiedenen Auflösungen und verschieden großen erfassten Volumina erklärt werden: Mit der größeren Auflösung der Labor- μ -CT-Daten werden kleine, von der Kugelform abweichende Poren nicht abgebildet. Die beiden Datensätze sind daher komplementär zueinander.

Die Ergebnisse der FFT-Analyse sind abhängig von den Integrationsgrenzen (dem radialen Bereich, siehe Abb. 4, Mitte), die im Ortsraum verschiedenen Porengrößenintervallen entsprechen. Um diese Willkür zu minimieren, wird die alternative DIVA-Prozedur angewandt.

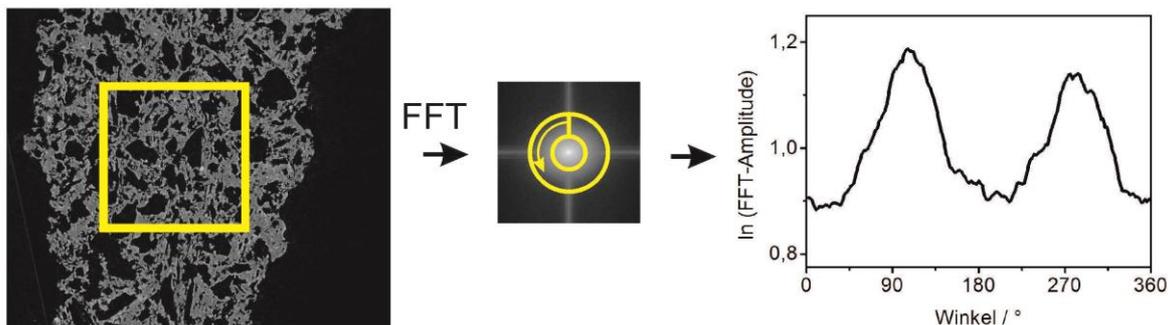


Abb. 4: Skizze der FFT-Analyse am Beispiel einer einzelnen Rekonstruktionsebene in Probe S2.

3.1.2 DIVA (directional interface variance analysis)

Die DIVA-Analyse beinhaltet die *Projektion des Gradientenbildes* $P_\zeta(\varphi)$ der rekonstruierten Ebenen (nicht des Bildes selbst!) unter vielen Winkeln φ , die Bestimmung der Varianz der Projektionen $\sigma^2(\varphi)$ und die Quotientenbildung $\sigma^2(\varphi)/\sigma^2(\varphi+90^\circ)$. Dieser Quotient wird als Funktion des Polarwinkels aufgetragen, die als Polfigur der Porenorientierung aufgefasst werden kann (Abb. 5).

Die Analyse ergibt unterschiedliche Orientierungsgrade in Wand- und Kreuzungsbereichen: das Verhältnis der DIVA-Minima (Wand / Kreuzung über die Wanddicke gemittelt) ergibt 0.91 ± 0.02 für Probe S1 und 0.83 ± 0.02 für Probe S2. Die berechneten Varianzquotienten aus μ -CT und Synchrotrondaten (gemittelt über die gesamte Struktur) weisen Unterschiede auf. Dies kann wiederum durch die unterschiedlichen Auflösungen erklärt werden: die 16-fach höhere Auflösung der Synchrotrondaten gestattet die Abbildung kleiner (orientierter) Poren, die im größeren Raster der μ -CT isotrop erscheinen. Tab. 1 fasst die CT- und die-Refraktions-Ergebnisse zusammen.

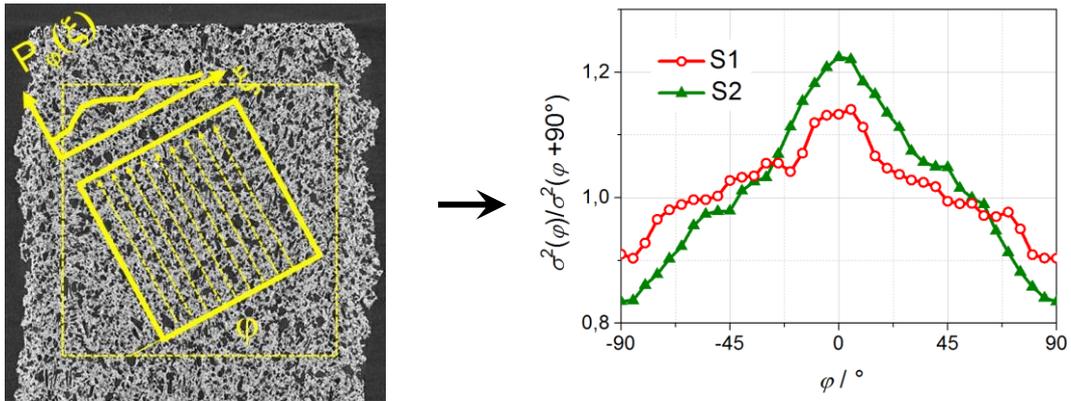


Abb. 5: Skizze der DIVA-Analyse (links) und die gemittelten μ -CT-Ergebnisse.

Tab 1. Spezifische Oberflächenwerte C_m/μ (Röntgenrefraktion) der Proben S1 und S2 für zwei zueinander senkrechte Streurichtungen relativ zur Extrusionsrichtung im Vergleich zu DIVA-Ergebnissen aus μ -CT und Synchrotron-CT-Rekonstruktionen. Die kursiv gesetzten Werte demonstrieren die gute Übereinstimmung.

Probe	Röntgen-Refraktion (Labor)			μ -CT (Labor)	Synchrotron-CT		
	C_m/μ_{\parallel} Extrusion	C_m/μ_{\perp} Extrusion	C_m/μ -Ver- hältnis(\parallel/\perp)	Minimales Vari- anzverh. (\parallel/\perp)	Wände	Kreuzungen	Kreuzungen / Wände-Verh.
S1	2.02	2.2	0.92	0.92	0.85	0.77	0.91
S2	1.10	1.28	0.86	0.84	0.74	0.61	0.83

Zusammenfassung

Mittels Röntgenrefraktions-Topographie sowie Labor- und Synchrotron-CT wurden quantitative Aussagen über die Mikrostruktur zweier poröser synthetischer Cordierit-Materialien ermittelt. Die Porosität und die Porenorientierung wurden mittels statistischer Bewertung analysiert. Die bekannte FFT-Technik (Periodogramm) zeigte, dass eine Vorzugsorientierung der Poren parallel zur Extrusionsrichtung vorliegt. Hochaufgelöste (Synchrotron) CT-Ergebnisse zeigten, dass die Porenorientierung als Funktion der Wandtiefe variiert. Zudem weist sie Unterschiede abhängig von der lateralen Position (im Wand- oder Kreuzungsbereich) auf. Alternativ wurde eine statistische Prozedur, DIVA (directional interface variance analysis), entwickelt. Dabei wird der Quotient der Varianzen zweier zueinander senkrechter Projektionen des Gradienten der Struktur bestimmt und über dem Projektionswinkel aufgetragen. Diese Varianzplots geben ein Maß für die Abweichung der Porenorientierung von einer Gleichverteilung und stimmen gut mit den Ergebnissen der Röntgenrefraktion überein. Zudem stimmen die Orientierungsfaktoren *quantitativ* sehr gut mit kristallographischen Texturdaten überein, was den Schluss nahelegt, dass Studien zur Porenorientierung und zur Kristallorientierung gleichwertig sind.

Danksagung

Die Autoren danken Amit Shyam (OakRidge National Laboratory) und Randy Stafford (Cummins Inc.) für die Bereitstellung der DPF-Proben.

Referenzen

- [1] N.Saito, S.-Y.Nishimura, M.Kawano, S.-I.Araki, S.Sukenaga, K.Nakashima, T.Yasukouchi, Fabrication of Nitrogen-Containing Cordierite Ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.* **93** (2010) 2257–2263.
- [2] G.Merkel, D.Beall, D.Hickman, M.Vernacotola, Effects of Microstructure and Cell Geometry on Performance of Cordierite Diesel Particulate Filters, SAE Technical Paper 2001-01-0193 (2001).
- [3] Y.Onel, A.Lange, A.Staude, K.Ehrig, A.Kupsch, M.P.Hentschel, T.Wolk, B.R.Müller, G.Bruno, Evaluating porosity in cordierite diesel particulate filter materials. Part 2- Statistical analysis of Computed Tomography Data, *J. Ceram. Sci. Tech.* **5** (2013) 13-22.
- [4] G.Bruno, S.Vogel, Calculation of the Average Coefficient of Thermal Expansion in Oriented Cordierite Polycrystals, *J. Am. Ceram. Soc.* **91** (2008) 2646-2652.
- [5] W.D.Kingery, Factor affecting thermal stress resistance of ceramic materials. *J. Amer. Ceram. Soc.* **38** (1955) 3-15.
- [6] W.P.Addiego, I.M.Melscoet-Chauvel, US Patent 2007/0142208 A1 (2007).
- [7] G.Bruno, A.M.Efremov, A.N.Levandovsky, B.Clausen, Connecting the macro and microscopic strain response in porous ceramics: modeling and experimental validation. *J. Mater. Sci.* **46** (2011) 161-173.
- [8] A.M.Efremov, G.Bruno, Modeling the impact of microcracking on the thermoelasticity of porous and microcracked ceramics, *Phil. Mag.* **93** (2013) 691-717.
- [9] G.Tzschichholz, G.Steinborn, M.P.Hentschel, A.Lange, P.Klobes, Characterisation of porous titania yttrium oxide compounds by mercury intrusion porosimetry and X-ray refractometry. *J. Porous Mat.* **18** (2011) 83-88
- [10] T.Gordon, A.Shyam, E.Lara-Curzio, The relationship between microstructure and fracture toughness for fibrous materials of diesel particulate filters. *J. Amer. Ceram. Soc.* **93** (2010) 1120-1126.
- [11] L.Andersson, P.T.Larsson, L.Wågberg, L.Bergström, Evaluating Pore Space in Macroporous Ceramics with Water-Based Porosimetry, *J. Am. Ceram. Soc.* **96** (2013) 1916-1922.
- [12] F.Zhao, H.R.Landis, S.J.Skerlos, Modeling of porous filter permeability via image-based stochastic reconstruction of spatial porosity correlations. *Environ. Sci. Tech.* **39** (2006) 239-247.
- [13] G.Bruno, A.M.Efremov, B.Clausen, A.M.Balagurov, V.N.Simkin, B.R.Wheaton, J.E.Webb, D.W. Brown, On the Stress-Free Lattice Expansion of Porous Cordierite, *Acta Mater.* **58** (2010) 1994–2003.
- [14] A.Shyam, E.Lara-Curzio, A.Pandey, T.R.Watkins, K.L.More, The Thermal Expansion, Elastic and Fracture Properties of Porous Cordierite at Elevated Temperatures, *J. Am. Ceram. Soc.* **95** (2012) 1682–1691.
- [15] A.Shyam, A.Pandey, G.Bruno, T.R.Watkins, E.Lara-Curzio, R.Parten, R.Stafford, in preparation (2014)
- [16] A.Rack, S.Zabler, B.R.Müller, H.Riesemeier, G.Weidemann, A.Lange, J.Goebbels, M.P.Hentschel, W.Görner, High resolution synchrotron-based radiography and tomography using hard X-rays at the BAMline (BESSY II). *Nucl. Instrum. Meth.* **A586** (2008) 327-344.
- [17] D.Chapman, W.Thomlinson, R.E.Johnston, D.Washburn, E.Pisano, N.Gmür, Z.Zhong, R.Menk, F.Arffelli, D.Sayers, Diffraction enhanced x-ray imaging. *Phys. Med. Biol.* **42** (1997) 2015-2025.
- [18] B.R.Müller, A.Lange, M.Harwardt, M.P.Hentschel, B.Illerhaus, J.Goebbels, J.Bamberg, F.Heutling, Refraction computed tomography. *MP Mater. Test.* **46** (2004) 314-319.
- [19] A.Kupsch, A.Lange, M.P.Hentschel, Y.Onel, T.Wolk, A.Staude, K.Ehrig, B.R.Müller, G.Bruno, Evaluating Porosity in Cordierite Diesel Particulate Filter Materials, Part 1 X-Ray Refraction. *J. Ceram. Sci. Tech.* **4** (2013) 169-176.
- [20] G.Bruno, A.M.Efremov, C.P.An, B.R.Wheaton, D.J.Hughes, Connecting the macro and microscopic strain response in porous ceramics. Part II- Microcracking, *J. Mater. Sci.* **47** (2012) 3674-3689.
- [21] L.A.Feldkamp, L.C.Davis, J.W.Kress, Practical cone-beam algorithm. *J. Opt. Soc. Am.* **A1** (1984) 612-619.
- [22] A.C.Kak, M. Slaney, Principles of computerized tomographic imaging. IEEE Press: New York, 1988.