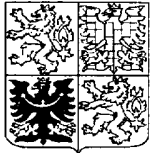


# PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

## 286 581

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **1995 - 1682**  
(22) Přihlášeno: **21.12.1993**  
(30) Právo přednosti:  
**29.12.1992 DK 1992/1566**  
(40) Zveřejněno: **17.01.1996**  
**(Věstník č. 1/1996)**  
(47) Uděleno: **14.03.2000**  
(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: **17.05.2000**  
**(Věstník č. 5/2000)**  
(86) PCT číslo: **PCT/DK93/00435**  
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 94/14717**

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>:

**C 03 C 3/087**  
**C 03 C 4/00**  
**C 03 C 13/06**

(73) Majitel patentu:

**ROCKWOOL**  
INTERNATIONAL A/S, Hedehusene, DK;

(72) Původce vynálezu:

**Guldberg Marianne, Soborg, DK;**  
**Christensen Vermund Rust, Roskilde, DK;**

(74) Zástupce:

**PATENTSERVIS PRAHA, a.s., Jivenská 1/1273,**  
**Praha 4, 140 21;**

(54) Název vynálezu:

**Termostabilní zvlákňovatelná minerální**  
**kompozice, její použití a termostabilní**  
**minerální vláknitý materiál**

(57) Anotace:

Termostabilní zvlákňovatelná minerální kompozice, která má vysokou rychlost rozpouštění v biologických kapalinách, obsahuje v % hmotnostních 53,5 až 64 % SiO<sub>2</sub>, 10 až 20 % CaO, 10 až 20 % MgO a 6,5 až 9 % FeO, přičemž celkové množství FeO a Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> je vyjádřeno jako FeO. Z této kompozice vyrobený minerální vláknitý materiál je vhodný pro účely tepelné nebo akustické izolace nebo jako substrát pro pěstování rostlin.

**CZ 286581 B6**

## Termostabilní zvlákňovatelná minerální kompozice, její použití a termostabilní minerální vláknitý materiál

### 5 Oblast techniky

Tento vynález se vztahuje k tepelně stálým minerálním kompozicím, přesněji k tepelně stálým minerálním kompozicím, které jsou rozpustné v biologických kapalinách. Blíže se tento vynález vztahuje k minerálním vláknům, která jsou vyráběna z minerálních kompozic a týká se 10 minerálních kompozic a růstového média z minerálních vláken, připravovaného z těchto kompozic.

### 15 Dosavadní stav techniky

Izolace vyrobená z minerálních vláken je široce používána a je již delší dobu obchodním produktem. Izolační výrobky jsou vyrobeny ze surovin, kterými jsou např. kámen nebo škvára. Tyto suroviny jsou taveny a zvlákňovány na vlákna, navzájem spojená pojivem. Pojivem jsou zpravidla fenolformaldehydové pryskyřice nebo fenolformaldehydové pryskyřice, modifikované 20 močovinou. Je dobře známo, že izolační produkty vyrobené z minerálních vláken, jsou pro jejich vyšší ohnivzdornost, tj. vynikající tepelnou stálost, výhodnější v porovnání s izolačními produkty, vyrobenými ze skelných vláken. Na rozdíl od minerální vaty, která je schopna odolávat teplotám až do 1000 °C, odolávají skelná vlákna obvykle teplotám jen okolo 650 °C. Je velmi žádoucí, aby vynikající vlastnosti produktů, vyrobených z minerálních vláken, byly u jejich jakýchkoli dodnes známých modifikací zachovány nebo dokonce zlepšeny. V současné době se 25 pozornost obrací na zdravotní aspekty, související s rozličnými vláknitými materiály, včetně vlněných izolačních vláken. Je velmi dobře známo, že vdechování určitých typů vláken, jako například vláken asbestových, může vyvolat onemocnění dýchacích cest, včetně rakoviny plic. Za důležitý faktor je považována schopnost asbestových vláken setrvat v plicích dlouhou 30 dobu. Ačkoli ještě nebyly poskytnuty důkazy o tom, že by umělá a syntetická vlákna byla u lidí původci onemocnění dýchacích cest, nebo jiných chorob, je vhodné získat taková vlákna se zvýšenou rychlostí rozpouštění v biologických roztocích, protože lze očekávat, že taková vlákna budou mít podstatně kratší poločas rozpadu v plicích po inhalaci.

35 Obavy z případných zdravotních problémů, způsobených umělými skelnými vlákny (man made vitreous fibres MMCF), vedly v poslední době k mnoha výzkumům. Za důležitý faktor, způsobující onemocnění, je mimo rozměrů vlákna považován čas, po který vlákno zůstává v plicí. Na dobu přítomnosti vlákna v plicích má vliv rychlost mechanického odstraňování vláken z plic a rychlost jejich rozpouštění. Rychlost rozpouštění vláken může být stanovena různými způsoby. 40 Byla prováděna měření *in vitro*, při kterých byla vlákna vystavována působení fyziologických roztoků (Gamblův roztok, modifikovaný podle Scholze, H. Conradt.: An in vitro study of the chemical durability of siliceous fibres, Ann. Occ. Hyg. sv. 31, str. 683 až 692 (1987)), u kterých se předpokládá, že napodobují podmínky v plicních kapalinách. Všechny používané kapaliny měly pH 7,4 až 7,8. Z práce Carr I., The Macrophage – A Review of Ultrastructure and 45 Function, Academic Press (1973) je známo, že pH makrofágů je odlišné, nižší než pH plicní kapaliny, napodobované obvykle používanými kapalinami.

Před nedávnem publikovaná měření stálosti vláken, včetně měření rozpouštění vláken v plicích krys *in vivo* ukázala, že tento rozdíl pH může být příčinou rozdílných rychlostí rozpouštění, 50 a bylo prokázáno, že pokud jsou zkoumaná vlákna dostatečně krátká, mohou být pohlcena makrofágy, a to může vysvětlovat nižší rychlost rozpouštění, pozorovanou u kratších vláken ze skelné vaty.

V dokumentu WO 89/12032 jsou popsány kompozice z anorganických minerálních vláken, z nichž některá vyhověla požadavkům zkoušky odolnosti dvouhodinového působení ohně a která zároveň vykazují malou odolnost působení fyziologických roztoků, tj. rozpouštějí se v nich vysokou rychlostí. Složky popisovaných kompozic se mohou podstatně lišit. Všechny popsané kompozice však jsou vyráběny z čistých oxidů kovů nebo z méně čistých výchozích látek s

5 přidavkem čistých oxidů, což způsobuje, že popsané kompozice jsou velmi drahé.

#### Podstata vynálezu

10

Předmětem tohoto vynálezu je poskytnout zvlákňovatelnou minerální kompozici, která může být připravena z levných přírodních surovin, která se vyznačuje vysokou rychlostí rozpouštění v biologických kapalinách a dobrou tepelnou stálostí.

15

Tento vynález poskytuje zvlákňovatelnou minerální kompozici, která je tepelně stálá a má vysokou rychlost rozpouštění v biologických kapalinách a která má v podstatě toto složení:

	SiO <sub>2</sub>	53,5 až 64 hmotn. %
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≤ 4 hmotn. %
20	CaO	10 až 20 hmotn. %
	MgO	10 až 20 hmotn. %
	FeO	6,5 až 8 hmotn. %,

přičemž celkový obsah FeO a Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> je udáván jako FeO. Dále jako příměsi mohou být přítomny oxid titaničitý, draselný, sodný a/nebo oxid mangančitý, oxid chromový a různé sloučeniny síry, případně další obvyklé příměsi.

25

Překvapivě bylo zjištěno, že minerální vlákna, která se vyznačují jak vysokou rychlostí rozpouštění v biologických kapalinách, tak dobrou tepelnou stálostí, mohou být připravována z minerálních kompozic získaných ze surovin, vyskytujících se v přírodě a z jiných levných surovin, jako je olivín, křemen, dolomit, vápenatý pískovec a železná ruda, které mohou být částečně nebo plně navzájem cementem spojeny do briket.

30

Směs podle tohoto vynálezu může být například připravena z těchto přírodních surovin:

35

	křemenný písek	asi 36 %
	olivínový písek	asi 17 %
	odpad z minerální vaty	asi 12 %
	železná ruda	asi 12 %
40	dolomit	asi 11 %
	cement	asi 12 %

Podle tohoto vynálezu je rozsah celkového množství CaO, MgO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a FeO v minerální kompozici podle tohoto vynálezu

45

s výhodou 32 hmotn. % ≤ CaO + MgO + FeO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ≤ 40 hmotn. %, výhodněji 35 hmotn. % ≤ CaO + MgO + FeO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ≤ 40 hmotn. %, a zvláště výhodně 38 hmotn. % ≤ CaO + MgO + FeO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ≤ 40 hmotn. %.

50

Minerální kompozice podle tohoto vynálezu je zvláště vhodná pro výrobu minerálních vláken metodou popsanou v dokumentu WO 92/06047.

Pro výrobu jemných vláken např. touto metodou je nutná kompozice s viskozitou při teplotě zpracování rovnou přibližně 1,5 Pa.s. Na druhé straně je však žádoucí, aby tavenina kompozice neměla při teplotě zpracování viskozitu nižší než 0,4 Pa.s. Zvyšování rychlosti rozpouštění kompozice pro minerální vlákna při současném zachování ostatních nutných vlastností není samozřejmě. Jak již bylo uvedeno, musí být viskozita taveniny udržována v úzkém rozmezí, aby bylo možné zvlákňování pomocí výrobních postupů, které jsou v současné době k dispozici. Výsledný minerál musí být dostatečně odolný, aby se zachovala jeho fyzikální celistvost po celou dobu životnosti budovy, lodě nebo jiného objektu, ve kterém je použit. Získaná minerální vata musí být dále dostatečně tepelně stálá, aby zajišťovala výbornou ohnivzdornost konečného izolačního produktu.

Viskozita taveniny minerální kompozice závisí na celkovém obsahu oxidů křemíku a hliníku, vysoký obsah těchto oxidů způsobuje vysokou viskozitu a naopak. V důsledku toho je viskozita do jisté míry omezujícím faktorem při obměňování složení kompozice.

Předpokládá se, že množství magnezie a oxidů železa v minerální kompozici má výrazný vliv na tepelnou stálost minerálních vláken. Oxid železnatý a železitý hrají významnou roli jako nukleační centra při přeměně minerálního vláknenného materiálu z amorfního stavu na krystalický nebo semikrystalický stav vlivem vnějšího působení tepla v případě požáru. To způsobuje, že existuje jistá mez minimálního obsahu množství oxidů železa, přítomných v kompozici. Je třeba zdůraznit, že materiál minerálních vláken, který neobsahuje oxidy železa, může být schopen odolávat vysokým teplotám, které jsou dosaženy postupným vzestupem teploty, tuto schopnost však nemá, je-li vystaven náhlému vzestupu teplot, způsobenému například ohněm. Jak již bylo uvedeno, je-li materiál minerálních vláken vystaven působení ohně (náhlý nebo rychlý vzestup teplot), struktura materiálu, tj. minerální vaty, je přeměňována z amorfního stavu na krystalický a proto je pro dosažení tepelné stálosti nutné, aby v minerálním materiálu, ze kterého jsou zhotovena vlákna, byla přítomna nukleační činidla krystalizace. Na druhé straně je však například možno usuzovat na základě informací, obsažených v dokumentu WO 89/12032, že přítomnost oxidu hlinitého a oxidů železa v minerální kompozici má výrazně negativní vliv na rychlost rozpouštění, jak vyplývá i z dalšího textu.

Rychlost rozpouštění je však nejsložitějším omezujícím faktorem. Minerální vata musí být relativně inertní k působení vlhkosti při jejím použití, musí se však rychle rozpouštět v plicích. Protože v obou těchto případech dochází k reakci vody s vlákny za přibližně neutrálních podmínek, je překvapující, že tyto požadavky mohou být splněny na základě změny složení.

V tomto popisu i v nárocích tohoto patentu znamená slovní spojení „biologická kapalina“ fyziologický roztok soli nebo chloridu sodného, jakož i jakoukoliv jinou kapalinu, obsaženou v těle živých savců.

Jiná úspěšná zvlákňovatelná minerální kompozice podle tohoto vynálezu má v podstatě toto složení:

SiO <sub>2</sub>	53,5 až 63 hmotn. %
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≤ 4 hmotn. %
CaO	15 až 20 hmotn. %
MgO	10 až 15 hmotn. %
FeO	6,5 až 8 hmotn. %,

přičemž celkový obsah FeO a Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> je udáván jako FeO.

Tento vynález se rovněž týká materiálu minerálních vláken, vyráběného z minerální kompozice podle tohoto vynálezu.

V preferovaném provedení tohoto vynálezu má minerální materiál podle tohoto vynálezu s výhodou teplotu spékání alespoň 900 °C, s výhodněji alespoň 1000 °C, zvláště výhodně 1100 °C.

5

Tento vynález se dále týká způsobu zvyšování rychlosti rozpouštění materiálu minerálních vláken v biologických kapalinách, přičemž tento materiál minerálních vláken je připravován z kompozice podle tohoto vynálezu.

10

Materiál minerálních vláken podle tohoto vynálezu, který je tepelně stálý a má vysokou rychlost rozpouštění v biologických kapalinách je použitelný pro tepelné a/nebo akustické izolace nebo jako médium nebo substrát pro pěstování rostlin.

15

Další úspěšná zvláknovatelná minerální kompozice podle tohoto vynálezu má v podstatě toto složení:

	SiO <sub>2</sub>	54,5 až 63 hmotn. %
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 až 4 hmotn. %
	CaO	15 až 20 hmotn. %
20	MgO	11 až 16 hmotn. %
	FeO	6,5 až 8 hmotn. %,

přičemž celkový obsah FeO a Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> je udáván jako FeO.

25

#### Příklady provedení vynálezu

##### Příklad 1

30

Dále popsaným způsobem byla stanovena rychlost rozpouštění a tepelná stabilita minerálních vláken známého složení nebo srovnatelného složení a vláken podle tohoto vynálezu. Vláknina byla zhotovována roztavením minerální kompozice, která měla být zkoušena v kuplovně a následujícím spřádáním materiálu vláken na minerální vatu. Nebyla aplikována pojiva.

35

Byly testovány tyto kompozice pro přípravu minerálních vláken:

Kompozice A: minerální vlákna vyráběná firmou Rockwool Lapinus B. V., Roermond, Nizozemí.

40

Kompozice B, C a D: srovnávací kompozice  
Kompozice E, F, G, I: minerální vlákna podle tohoto vynálezu

45

Složení těchto kompozic je uvedeno v Tabulce 1. Vedle složek, uvedených v Tabulce 1, obsahovala každá ze zkoušených kompozic až do 2 hmotn. % jiných složek (stopových složek), které byly obsaženy v použitých surovinách. Těmito dalšími složkami mohou mj. být oxid manganičitý, oxid chromový a různé sloučeniny síry. Obsahy v procentech, uvedené v Tabulce 1, jsou však vztaženy na celkové množství složek, které jsou uvedeny v této tabulce.

##### Zkušební metody

50

##### Velikost vzorků vláken

Vzorky byly síťovány a pro měření byla použita frakce pod 63 μm.

U každého vzorku byla stanovena distribuce velikosti vláken měřením průměru a délky 200 jednotlivých vláken pomocí optického mikroskopu (zvětšení 1000x). Odečtené hodnoty byly na základě známé hustoty vláken použity pro výpočet specifického povrchu vzorků vláken.

5

Měření rychlosti rozpouštění vláken (stacionární uspořádání)

300 mg vláken bylo umístěno v polyethylenových nádobách obsahujících 500 ml modifikovaného Gamblova roztoku (tj. tohoto roztoku, obsahujícího komplexační činidla) při pH 7,5. Jednou za den bylo pH roztoku kontrolováno a v případě potřeby upraveno přidáním HCl.

10

Zkoušky byly prováděny v týdenních intervalech. Teplota lahví byla udržována na 37 °C jejich ponořením do vodní lázně a obsah lahví byl dvakrát denně intenzivně protřepán. Po jednom a čtyřech dnech byly odebírány vzorky roztoků a pomocí spektrofotometru pro atomovou absorpci Perkin Elmer byl zjišťován jejich obsah Si.

15

Modifikovaný Gamblov roztok s pH  $7,5 \pm 0,2$  měl toto složení:

složka	koncentrace(g/l)
MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	0,212
NaCl	7,120
CaCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	0,029
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,079
Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0,148
NaHCO <sub>3</sub>	1,950
dihydrát šťavelanu sodného	0,180
dihydrát citrátu sodného	0,152
90 % kyselina mléčná	0,156
glycin	0,118
pyruvát sodný	0,172
formalín (vodný roztok formaldehydu)	1 ml

20 Tepelná stálost

Tepelná stálost vlákenné kompozice A–I, vyjádřená jako teplota spékání, byla stanovena touto metodou:

25 Vzorek minerální vaty (5 x 5 x 7,5 cm), zhotovený z testované kompozice, byl vložen do pece, předehřáté na 700 °C. Po 0,5 hod. bylo hodnoceno smrštění a spékání vzorku. Tento postup byl opakován vždy s novým vzorkem a s teplotou pece, zvýšenou o 50 °C oproti předchozí teplotě pece, až byla zjištěna maximální teplota, při které nedocházelo k spékání nebo výraznému smršťování vzorku.

30

Výsledky zkoušky jsou uvedeny v dále uvedené tabulce 2.

Tabulka 1

Obsah složek v hmotnostních procentech

5

složka	srovnávací kompozice				kompozice podle tohoto vynálezu			
	A	B	C	D	E	F	G	I
SiO <sub>2</sub>	46,8	50,8	58,6	61,3	61,5	54,9	56,4	60,2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13,2	0,8	3,7	0,8	0,7	4,0	2,7	0,3
TiO <sub>2</sub>	2,9	0,1	6,0	0,2	0,2	0,6	0,5	0,1
FeO	6,3	0,1	6,0	4,1	7,2	6,8	7,3	7,9
CaO	17,2	31,0	23,6	12,8	13,1	17,2	17,0	20,0
MgO	9,6	17,0	6,8	20,3	16,9	15,3	15,1	11,1
Na <sub>2</sub> O	2,8	0,1	0,2	0,1	0,1	0,5	0,4	0,1
K <sub>2</sub> O	1,2	0,1	0,6	0,4	0,3	0,7	0,6	0,3

Tabulka 2

kompozice	A	B	C	D	E	F	G	I
teplota spékání (°C)	1050	750	750	800	1050	1050	1100	1100
rozpouštění* při pH = 7,5	3	45	6	32	25	12	13	20

10

\* rychlost rozpouštění Si (nm/den), 1. až 4. den

15

Výsledky zkoušek jasně ukazují, že vlákna, připravená z kompozice podle tohoto vynálezu, mají relativně ke srovnávacím vzorkům velmi dobré tepelné stálosti, vyjádřené jako teploty spékání, které jsou 900, 1050 a 1100 °C. Obchodní produkt (kompozice A) vykazuje rovněž vysokou termostabilitu, zatímco srovnávací kompozice B, C a D se vyznačují poměrně špatnou termostabilitou.

20

Výsledky zkoušek dále jasně ukazují, že rychlost rozpouštění kompozicí podle tohoto vynálezu je čtyř- až osminásobná ve srovnání s obchodním produktem (kompozice A).

25

Srovnávací kompozice B a D mají podstatně vyšší rychlost rozpouštění než kompozice A a C. Tyto výsledky nejsou překvapující, protože celkový obsah aluminu a oxidů železa v kompozicích B a D je asi 1 hmotn. %. Teplota spékání je však nepřijatelně nízká.

30

Kompozice D a E se liší pouze v obsahu FeO a MgO. Kompozice E podle tohoto vynálezu (obsah FeO 7,1 %), má výrazně vyšší tepelnou stálost než srovnávací kompozice D (obsah FeO 4,2 %), zatímco rychlosti rozpouštění kompozicí D a E jsou řádově stejné.

Z porovnání srovnávacích kompozic B, C a kompozice podle tohoto vynálezu E–I vyplývá, že snižováním obsahu CaO je možno získat kompozice se vzrůstající teplotou spékání.

35

Z výsledků vyplývá, že minerální vlákna, vyrobená z kompozic podle tohoto vynálezu, mají výborné tepelné stálosti jakož i vysoké rychlosti rozpouštění v biologických kapalinách.

## Příklad 2

## Studie biologické odolnosti

- 5 Byla provedena studie biologické odolnosti, tj. *in vivo* sledování fyziologické kompatibility u komerčně dostupných minerálních vláken se stejným chemickým složením jako je složení shora uvedené kompozice A u minerálních vláken podle tohoto vynálezu se shora uvedeným složením G.

## 10 Materiály a metody

Malé množství každého ze zkoumaných materiálů bylo suspendováno v redestilované vodě, takto vzniklá suspenze byla podrobena působení ultrazvuku a zfiltrována pomocí filtru Nuclepore (velikost pórů 0,2 nebo 0,4  $\mu\text{m}$ ). Část filtru byla připevněna na hliníkové tělíčko a pomocí pokovení rozprašováním potažena 30 nm vrstvičkou zlata. Pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu (scanning electron microscope SEM) Cambridge Stereoscan 360 byly získány mikrosnímky těchto vzorků. Zvětšení bylo zvoleno tak, aby umožňovalo měření jak nejdelších, tak nejtenčích vláken s dostatečnou přesností. U každého ze vzorků byly měřeny délky a průměry asi 400 vláken, viz tabulka 3.

20

2 mg dávky vláken byly suspendovány v 0,9 % roztoku NaCl a aplikovány intratracheálně v jedné dávce do plic krysích samic Wistar o tělesné hmotnosti asi 200 g. Z každé skupiny pokusných zvířat bylo 5 zvířat usmrceno po 2 dnech, po 2 týdnech a po 1, 3, 6 a 12 měsících.

25 Po usmrcení zvířat byly jejich plíce vypreparovány, vysušeny v sušárně při 105 °C a podrobeny nízkoteplotnímu zpopelnění. Tento postup neovlivnil distribuci velikostí zkoušeného materiálu, což vyplynulo ze srovnání vzorků, získaných ze zpopelněných plic zvířat usmrcených dva dny po intratracheální aplikaci s příslušným výchozím materiálem (viz tabulka 3). Část zpopelněných plic byla suspendována ve filtrované vodě a suspenze byla zfiltrována během 15 minut na filtru Nuclepore (velikost pórů 0,2 nebo 0,4  $\mu\text{m}$ ). Takto získaný vzorek byl upraven a analyzován pomocí SEM shora popsaným způsobem, který byl použit při charakterizaci zkoušeného materiálu. U každého vzorku bylo měřeno 200 vláken zobrazených na videozáznamech nebo mikrosnímcích a pro každé zvíře byl vypočten celkový počet vláken v plicích. Dále byla analyzována distribuce velikostí vláken. Ze tvaru vláken byl odhadnut objem částic za předpokladu válcovitého tvaru. Výpočet závislosti stupně odstranění vláken z plic na čase byl prováděn na základě logaritmické regresní analýzy počtu nebo hmotnosti vláken jako funkce času, který u jednotlivých zvířat uplynul od aplikace vláken. Z rychlostních konstant  $k$ , platných pro vypočtené závislosti odstraňování vláken z plic na čase a stanovených v intervalu 95 % spolehlivosti, byly na základě vztahu  $T_{1/2} = \ln 2/k$  určeny odpovídající poločasy  $T_{1/2}$ .

40

## Výsledky

Analýzy vláken ze zpopelněných plic jsou uvedeny v tabulce 4 a v tabulce 5. Závislost rychlosti odstraňování vláken z plic odpovídá kinetické rovnici prvního řádu, tj. lze ji charakterizovat pomocí poločasů, uvedených v tabulkách 6 a 7.

45

Z tabulky 7 je zřejmé, že kompozice G má výrazně nižší poločas, než kompozice A i při jasně vyšším počátečním průměru vláken (viz tabulka 3).

50 Na základě výzkumů s asbestovými vlákny různé délky (John Davis: The pathogenicity of long versus short fibre sample of amosite asbestos, Brit. J. Exp. Pathology 67, str. 415 – 430 (1986)), vyplynulo, že dlouhá vlákna jsou biologicky neaktivnější.

Z tabulky 8 je zřejmé, že u dlouhých vláken se projevuje statisticky významný rozdíl mezi dosud známou obchodně dostupnou minerální vlnou (kompozice A) a vlákny podle tohoto vynálezu (kompozice G).

- 5 Interpretace hodnot poločasů platných pouze pro vlákna delší než 5  $\mu\text{m}$  je zatížena chybou, protože tato vlákna se lámou za vzniku kratších vláken a vlivem těchto kratších vláken se  $T_{1/2}$  zkracuje.

10 Tabulka 3

Distribuce velikostí vláken zkoušených materiálů (na základě počtu vláken)

Kompozice A

15

t*	počet hodnoc. vláken (L/D>5)	délka vláken				průměr vláken			
		10%<	50%<	90%<	$\sigma_g$	10%<	50%<	90%<	$\sigma_g$
0**	323	3,4	6,7	15,2	1,7	0,32	0,63	1,21	1,72
2 dny	702	2,9	6,8	15,9	1,9	0,27	0,62	1,19	1,95
1 měs.	724	3,0	6,9	17,1	1,9	0,24	0,62	1,24	2,10
3 měs.	732	3,0	7,1	17,0	2,0	0,28	0,66	1,22	1,98
6 měs.	784	3,5	7,3	17,0	1,8	0,29	0,66	1,23	1,89
12 měs.	772	3,0	6,4	14,0	1,8	0,24	0,60	1,07	2,07

\* doba od aplikace vzorku vláken do plic pokusného zvířete

\*\* původní vzorek vláken

L = délka vlákna, D = průměr vlákna

20

Kompozice G

t*	počet hodnoc. vláken (L/D>5)	délka vláken				průměr vláken			
		10%<	50%<	90%<	$\sigma_g$	10%<	50%<	90%<	$\sigma_g$
0**	317	4,8	9,3	23,1	1,7	0,57	1,02	1,59	1,57
2 dny	631	4,1	9,3	24,0	1,9	0,35	0,87	1,56	2,05
1 měs.	822	4,3	10,2	24,1	1,9	0,36	0,88	1,55	2,03
3 měs.	768	4,0	9,3	22,6	1,9	0,37	0,84	1,54	1,91
6 měs.	618	4,1	8,8	19,2	1,8	0,32	0,77	1,41	2,01
12 měs.	746	3,3	7,6	15,7	1,9	0,25	0,69	1,30	2,17

\* doba od aplikace vzorku vláken do plic pokusného zvířete

\*\* původní vzorek vláken

25

Tabulka 4

Hodnocení vláken v popelu plic pokusných zvířat pomocí rastrovací elektronové mikroskopie

## 5 Kompozice A

t*	počet vyhodnoce- ných vláken	celk. počet vláken v plicích x 10 <sup>-6</sup>	počet vláken del- ších než 5 μm v plicích x 10 <sup>-6</sup>	vypočtená hmotnost vláken (mg)
	průměr/s.o.	průměr/s.o.	průměr/s.o.	průměr/s.o.
2 dny	222/11	124,1/17,0	53,1/6,3	1,67/0,30
1 měs.	222/11	111,9/12,3	50,4/6,7	1,64/0,48
3 měs.	220/8	92,0/10,8	44,9/3,3	1,41/0,29
6 měs.	215/5	45,2/10,0/	24,1/4,5	0,69/0,06
12 měs.	208/12	50,8/10,5	24,5/4,7	0,68/0,26

\* doba od aplikace vzorku vláken do plic pokusného zvířete  
s.o. = směrodatná odchylka

10

## Kompozice G

t*	počet vyhodnoce- ných vláken	celk. počet vláken v plicích x 10 <sup>-6</sup>	počet vláken del- ších než 5 μm v plicích x 10 <sup>-6</sup>	vypočtená hmotnost vláken (mg)
	průměr/s.o.	průměr/s.o.	průměr/s.o.	průměr/s.o.
2 dny	222/8	61,0/9,0	39,3/6,3	1,96/0,18
1 měs.	220/6	47,9/4,2	31,9/2,5	1,62/0,41
3 měs.	216/2	41,1/3,4	25,8/1,6	1,19/0,15
6 měs.	217/4	24,0/6,0	14,6/4,0	0,52/0,20
12 měs.	199/13	17,1/5,7	10,2/3,1	0,26/0,08

\* doba od aplikace vzorku vláken do plic pokusného zvířete  
s.o. = směrodatná odchylka

15

Tabulka 5

20 Aritmetický průměr průměrů vláken ( $d$ , μm) a jeho směrodatná odchylka (s.o.), stanovené pro různé délkové frakce vláken ze zkoušených materiálů, která byla izolována z popela plic pokusných zvířat

## Kompozice A

25

		délkové frakce vláken (μm)						všechna vlákna
		<2,5	2,5–5	5–10	10–20	20–30	>40	
2 dny	$d$	0,63	0,76	0,84	0,88	1,07	1,27	0,91
	s.o.	0,04	0,04	0,02	0,09	0,22	0,23	0,25
1 měs.	$d$	0,61	0,75	0,86	0,86	0,94	1,35	0,89
	s.o.	0,05	0,03	0,08	0,13	0,12	0,31	0,27
3 měs.	$d$	0,60	0,74	0,84	0,89	0,96	1,33	0,89
	s.o.	0,05	0,03	0,05	0,11	0,31	0,14	0,27
6 měs.	$d$	0,61	0,74	0,81	0,92	0,97	1,24	0,88
	s.o.	0,09	0,06	0,06	0,10	0,10	0,20	0,23

## Kompozice A - pokračování

		délkové frakce vláken ( $\mu\text{m}$ )						všechna
		<2,5	2,5-5	5-10	10-20	20-30	>40	vlákna
12 měs.	<i>d</i>	0,52	0,66	0,76	0,78	1,10	1,51	0,89
	<i>s.o.</i>	0,03	0,05	0,05	0,10	0,39	0,23	0,38

## Kompozice G

5

		délkové frakce vláken ( $\mu\text{m}$ )						všechna
		<2,5	2,5-5	5-10	10-20	20-30	>40	vlákna
2 dny	<i>d</i>	0,72	0,87	0,99	1,09	1,24	1,60	1,09
	<i>s.o.</i>	0,05	0,04	0,09	0,02	0,07	0,09	0,29
1 měs.	<i>d</i>	0,68	0,86	0,96	1,10	1,17	1,62	1,06
	<i>s.o.</i>	0,04	0,05	0,07	0,06	0,15	0,26	0,32
3 měs.	<i>d</i>	0,69	0,88	0,99	1,08	1,16	1,54	1,06
	<i>s.o.</i>	0,05	0,02	0,03	0,08	0,30	0,31	0,31
6 měs.	<i>d</i>	0,64	0,87	0,93	0,91	1,17	1,53	1,01
	<i>s.o.</i>	0,08	0,05	0,06	0,16	0,26	0,36	0,33
12 měs.	<i>d</i>	0,50	0,71	0,84	0,91	1,07	1,53	0,94
	<i>s.o.</i>	0,06	0,04	0,06	0,04	0,16	0,24	0,36

## Tabulka 6

- 10 Poločas ( $T_{1/2}$ , dny) odstraňování různých délkových frakcí vláken z plic, stanovený na základě analýzy vláken ze zkoušených materiálů, izolovaných z popela plic pokusných zvířat

## Kompozice A

		délkové frakce vláken ( $\mu\text{m}$ )						všechna
		<2,5	2,5-5	5-10	10-20	20-30	>40	vlákna
$T_{1/2}$ (dny)		201	251	318	279	191	158	257
interval 95 %		136-	185-	229-	217-	148-	121-	195-
spolehlivosti		-379	-392	-520	-391	-271	-227	-376

15

## Kompozice G

		délkové frakce vláken ( $\mu\text{m}$ )						všechna
		<2,5	2,5-5	5-10	10-20	20-30	>40	vlákna
$T_{1/2}$ (dny)		241	219	211	185	108	100	196
interval 95 %		170-	168-	172-	146-	91-	89-	159-
spolehlivosti		-413	-317	-274	-254	-133	-116	-255

Tabulka 7

Poločasy a intervaly 95 % spolehlivosti (i.s.) odstraňování vláken z plic pokusných zvířat

	poločas (dny) vypočten z					
	počtu částic		počtu vláken ( $L > 5 \mu\text{m}$ , $D < 3 \mu\text{m}$ )		hmotnosti vláken	
	průměr	i.s.	průměr	i.s.	průměr	i.s.
kompozice A	257	195–376	291	227–406	249	187–372
kompozice G	196	159–255	183	151–233	122	105–145

5

L = délka vlákna, D = průměr vlákna

Tabulka 8

10

Srovnání poločasů odstraňování vláken z plic pokusných zvířat, vypočtených na základě počtu vláken

	poločas (dny)			
	pro vlákna dlouhá 20–40 $\mu\text{m}$		pro vlákna delší než 40 $\mu\text{m}$	
	průměr	i.s. 95 %	průměr	i.s. 95 %
kompozice A (známá minerální vata)	191	148 – 271	158	121 – 227
kompozice G (podle tohoto vynálezu)	108	92 – 133	100	89 – 116

15

i.s. 95 % = interval 95% spolehlivosti

20

## PATENTOVÉ NÁROKY

25

1. Termostabilní zvláknovatelná minerální kompozice mající vysokou rychlost rozpouštění v biologických kapalinách, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že jako podstatné složky obsahuje

30

SiO <sub>2</sub>	53,5 až 64 hmotn. %,
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≤ 4 hmotn. %,
CaO	10 až 20 hmotn. %,
MgO	10 až 20 hmotn. %,
FeO	6,5 až 9 hmotn. %,

příčemž celkový obsah FeO a Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> je udáván jako FeO.

35

2. Termostabilní zvláknovatelná minerální kompozice podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že obsahuje

	SiO <sub>2</sub>	53,5 až 62 hmotn. %,
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≤ 4 hmotn. %,
	CaO	15 až 20 hmotn. %,
	MgO	10 až 15 hmotn. %,
5	FeO	6,5 až 8 hmotn. %,

přičemž celkový obsah FeO a Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> je udáván jako FeO.

- 10 **3.** Termostabilní zvláknovatelná minerální kompozice podle nároku 1 nebo 2, **v y z n a -  
č u j í c í s e t í m**, že pro celkové množství CaO, MgO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a FeO platí:

$$32 \text{ hmotn. \%} \leq \text{CaO} + \text{MgO} + \text{FeO} + \text{Fe}_2\text{O}_3 \leq 40 \text{ hmotn. \%}.$$

- 15 **4.** Termostabilní zvláknovatelná minerální kompozice podle nároku 3, **v y z n a č u j í c í s e  
t í m**, že pro celkové množství CaO, MgO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a FeO platí:

$$35 \text{ hmotn. \%} \leq \text{CaO} + \text{MgO} + \text{FeO} + \text{Fe}_2\text{O}_3 \leq 40 \text{ hmotn. \%}.$$

20

- 5.** Termostabilní zvláknovatelná minerální kompozice podle nároku 4, **v y z n a č u j í c í s e  
t í m**, že pro celkové množství CaO, MgO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a FeO platí:

$$25 \quad 38 \text{ hmotn. \%} \leq \text{CaO} + \text{MgO} + \text{FeO} + \text{Fe}_2\text{O}_3 \leq 40 \text{ hmotn. \%}.$$

- 6.** Termostabilní minerální vláknitý materiál mající vysokou rychlost rozpustnosti v biolo-  
gických kapalinách, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje termostabilní zvláknovatelnou  
30 minerální kompozici podle nároku 1 až 5.

**7.** Použití termostabilní zvláknovatelné minerální kompozice podle nároků 1 až 5 pro výrobu  
termostabilního minerálního vláknitého materiálu pro tepelně izolační a/nebo akusticky izolační  
účely.

35

**8.** Použití termostabilní zvláknovatelné minerální kompozice podle nároků 1 až 5 pro výrobu  
termostabilního minerálního vláknitého materiálu pro pěstování rostlin.

40

---

Konec dokumentu

---