



REPUBLIKA SLOVENIJA

Urad RS za varstvo industrijske lastnine

(10) SI 9300437 A

(12)

PATENT

(21) Številka prijave: 9300437

(51) MPK⁵: C03B 37/04, C03B 37/095,
C03C 25/00

(22) Datum prijave: 20.08.1993

(45) Datum objave: 31.03.1994

(30) Prednost: 20.08.1992 EP 92/01914

(72) Izumitelj: BERNARD JEAN LUC, 51 rue Andre Oudin, Glencourt, 60600 Clermont, FR;
VIGNESOULT SERGE, 39 rue Berthe, 75018 Paris, FR;
BETTIGELLI JEAN, 17 rue Edouard Vaillant, 60290 Rantigny, FR;
BERTHIER GUY, 236 rue de Froissy, Ronquerolles Agnetz, Clermont, FR;
FURTAK HANS, Im Oberkaemmerer 35, 6720 Speyer am Rhein, DE

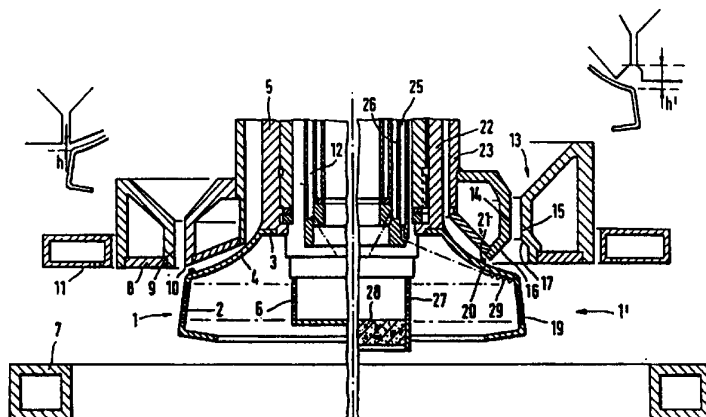
(73) Nosilec: ISOVER SAINT-GOBAIN, , 18 avenue d'Alsace, 92400 Courbevoie, FR

(74) Zastopnik: PATENTNA PISARNA D.O.O., Čopova 14, p.p. 322, 61000 Ljubljana, SI

(54) POSTOPEK ZA IZDELAVO MINERALNE VOLNE IN MINERALNA VOLNA IZDELANA PO NJEM

(57) Postopek za izdelovanje mineralne volne iz materiala, ki je dobro tekoč celo pri povišani liquidus temperaturi, predvsem nad 1200 stopinj Celzija, z viskoznostjo pod 500 Pa.s pri liquidus temperaturi, po katerem se raztaljeni mineralni material, potem ko se je uničilo vsa kristalizacijska jedra, dovaja v spiner (1'), katerega obodna stena (19) obsega množico ustij z majhnimi premeri, skozi katere se raztaljeni mineralni material centrifugira, da tvori curke, ki so v danem primeru podvrženi dodatnemu tanjilnemu učinku prednostno vročega plinskega toka, ki teče vzdolž omenjene obodne stene (19) omenjenega spinnerja

(1') in je tvorjen s koncentričnim obročastim zunanjim gorilnikom (13). Če je vlečenje v vlakna takšnega materiala izvedeno na običajen način, bo v izdelku velik delež delcev, ki se niso pretvorili v vlakna. Da se izogne temu, se spinnerjeva temperatura med trajajočim neprekinjenim delovanjem vzdržuje na uravnavani vrednosti, ki je nižja od ali enaka temperaturi, pri kateri je viskoznost raztaljenega mineralnega materiala 10 Pa.s, in višja od kristalizacijske temperature v podhlajenem stanju omenjenega materiala, ki ga je treba vleči v vlakno.



SI 9300437 A

ISOVER SAINT-GOBAIN

Postopek za izdelovanje mineralne volne in mineralna volna, izdelana po njem

Predloženi izum se nanaša na postopek za izdelovanje mineralne volne, ki obstoji iz termoplastičnih mineralnih materialov z visokimi tališči ali visokimi liquidus temperaturami, in bolj natančno na takšen postopek, ki uporablja postopek za vlečenje vlaken, ki obsega t. im. notranje centrifugiranje raztaljenega mineralnega materiala. Obravnavani termoplastični materiali so bolj podrobno bazaltni materiali, bodisi naravni ali modificirani bazalti, ali stranski izdelki železarske ali jeklarske industrije, predvsem pihane žindre. Na splošno se izum nanaša na izdelovanje mineralne volne, t. im. kamene volne s širokim razponom uporabe, predvsem na področju toplotne in akustične izolacije.

Po drugi strani se te materiale izbere zaradi njihove nizke cene in po drugi strani zaradi njihovih lastnosti, predvsem njihove dobre odpornosti na visoke temperature. Njihovo izdelovanje pa povzroča posebne težave. Te težave predvsem izvirajo od pogojev, pri katerih se te materiale lahko obdeluje.

Njihove visoke temperature taljenja predstavljajo težavo same po sebi. Temperatura taljenja je temperatura, do katere se je segrelo surovi material, da se je zagotovilo taljenje. Nadalje, kar zadeva izdelovanje, obstoji temperatura, nad katero je treba držati material, tako da se ne strdi, preden se pretvori v vlakna.

Nadaljnja posebnost, ki razločuje te materiale od stekel, ki se jih večinoma uporablja

za izdelovanje steklene volne, je v tem, da so po opraviu zelo redko tekoči pri temperaturah v tesni bližini svojih liquidus temperatur.

Torej so zaradi zahtevanih visokih temperatur priprave, ki prihajajo v dotik z materiali, ki jih je treba pretvoriti v vlakna, podvržene zelo siloviti koroziji. Življenjska doba delovanja teh priprav predstavlja težave celo pri običajnih steklih. Te težave se celo zaostrijo pri materialih z visoko liquidus temperaturo.

Svoj čas so zgoraj omenjene težave pomenile, da se je lahko uporabljalo le določene postopke za vlečenje vlaken pri obravnavanih materialih. V bistvu sta dve vrsti postopkov: oni, ki uporabljajo centrifugiranje ali odmetavanje raztaljenega mineralnega materiala, in tisti, pri katerih se material dovaja skozi stacionarno šobo in se tali v vlakna s pomočjo plinskih tokov, ki so pogosto pospešeni do nadzvočnih hitrosti, t.j. pihalno-vlečni postopek.

Pri postopkih, ki uporabljajo fiksno šobo, je potrebno, da se uporablja šobo, ki je odporna na najedanje s strani raztaljenega mineralnega materiala. Običajno so platinske šobe, ki se lahko zoperstavijo tem najedanjem celo pri tako visokih temperaturah. Izdelovalna kapaciteta vsake šobe pa je omejena. Razen tega je uporaba takšnih talilnih plinskih tokov povezana s sorazmerno visokimi energijskimi stroški.

Postopki, ki uporabljajo centrifugiranje ali odmetavanje, dopuščajo znatne izdelovalne količine na enoto. To so postopki pod skupnim imenom "zunanje centrifugiranje", da se navede, da raztaljeni material ostaja izven spinnerja. Raztaljeni material se bodisi dodaja sprednji površini plošče ali obodni površini valjastega rotorja ali množici obeh. Prednost teh postopkov je v preprostosti delov priprave, ki prihajajo v dotik z raztaljenim mineralnim materialom. Glede na to sorazmerno preprostost so obravnavani deli in predvsem zunanja področja spinnerja sorazmerno poceni in se jih zato lahko izmenja v sorazmerno kratkih časovnih obdobjih. Delež takih materialnih stroškov glede na celotne izdelovalne stroške ostaja sorazmerno nizek. Dejstvo, da so ti deli priprave podvrženi intenzivni obrabi ob dotiku z raztaljenim mineralnim materialom, pa se zato ne izkaže kot ovira.

Poglavitna neugodnost pri izdelovanju mineralne volne z zunanjim centrifugiranjem leži v dejstvu, da so lastnosti končnega izdelka slabše od onih pri stekleni volni, ki se jo v glavnem izdeluje s t. im. "notranjim centrifugiranjem".

Pri zunanjem centrifugiranju teče material na vrteče se obročče in odletava z njih v obliki množice kapljic. Vlakno se navidez stvari, brž ko je odletela, med površino spinnerja in kapljico, ki vleče vlakno za seboj. Očitno je, da pri takšnih mehanizmih vlečenja vlaken velik del odvrženega materiala ostaja v obliki delcev, ki se niso pretvorili v vlakna. Njihov delež pri velikosti delcev preko $100\ \mu\text{m}$ lahko dosega 40 mas.% materiala, ki se ga dovaja pri postopku. Čeprav je na razpolago nekaj postopkov za ločevanje delcev, ki se niso pretvorili v vlakna, izdelana mineralna volna ni nikoli povsem brez takšnih delcev, ki v najboljšem primeru ni uporabna in predstavlja veliko nadlego za posamezne uporabe.

Poudariti je treba, da oblikovanje kapljic ni le nujna posledica zunanjega centrifugiranja, temveč zavisi prav tako od reoloških značilnosti materialov, o katerih je govora. Materiali, ki so izdelani po izumu, imajo na splošno sorazmerno nizko viskoznost, celo pri temperaturah, ki so celo nekoliko nad liquidus temperaturo. Raztaljeni mineralni material, ki je sorazmerno dobro tekoč, je zelo težko pretvoriti v vlakna, ker se vlakna rada pretrgajo in tvorijo kapljice ali bisere. Na ta način postopek zunanjega centrifugiranja počiva na tej težnji, vendar se ne odpravi njegovih pomanjkljivosti.

Pomembna naloga predloženega izuma je v tem, da se zagotovi postopek za izdelovanje mineralne volne iz materiala s povišano liquidus temperaturo in nizko viskoznostjo, npr. z viskoznostjo pod 500 Pa.s pri liquidus temperaturi in predvsem nižjo od 300 ali celo 100 Pa.s pri liquidus temperaturi pri takšnih pogojih, da se lahko dobi mineralno volno, ki je v veliki meri brez delcev, ki se niso pretvorili v vlakna. Hkrati mora postopek po izumu zagotavljati dovolj dolge življenske dobe uporabljenih priprav, da bi se zadostilo ekonomskim zahtevam in tako omogočilo uvedbo tega postopka namesto doslej uporabljenih.

S pomočjo izuma se je pokazalo, da je možno izdelovati mineralno volno iz takšnega materiala s povišano liquidus temperaturo, predvsem z liquidus temperaturo nad 1000°C , s tem da se odmetava raztaljeni mineralni material s spinnerja z velikim številom ustij malega premera na njegovi obodni steni, pri čemer raztaljeni mineralni material teče v spinner, potem ko so bila uničena vsa kristalizacijska jedra, in se temperatura spinnerja med potekom operacije drži stalno znotraj temperaturnega območja, katerega spodnja meja je določena s temperaturo, pri kateri material kristalizira v podhlajenem stanju, in katerega zgornja meja je določena s temperaturo, pri kateri je viskoznost raztaljenega mineralnega materiala 10 Pa.s.

V zgornji opredelitvi je treba pojem "med potekajočo operacijo" razumeti kot nasprotje prehodnim, zagonskim ali zaključnim stopnjam ali bolj splošno vsakršno časovno periodo, med katero pretok raztaljenega mineralnega materiala ni stalen. Pod temperaturo spinnerja pa se razume temperaturo vsakega izmed njegovih mest, ki so lahko v dotiku z raztaljenim mineralnim materialom med vlečenjem vlaken, predvsem obodne stene po vsej njeni višini in predelov ojačevalne stene ali spodnjih in zgornjih ojačevalnih sten. Kar zadeva spinnerjevo talno steno oz. porazdeljevalno sredstvo, ki je izoblikovano v obliki košare ali kupe, ki poleg drugih namenov služi tudi funkciji talne stene, je treba obravnavati le spodnjo mejo, saj se lahko sprejme zelo nizko viskoznost, če se jo izravna z ohlajanjem materiala, preden dospe do samega spinnerja. Razume se, da je temperatura materiala znotraj spinnerja in podrobneje v točki izstopanja skozi ustje identična s temperaturo spinnerja. Zato je predvsem ta temperatura, ki je relevantna za probleme mašenja ustij, predvsem če prihaja do razstekljevanja materiala.

Zgornja definicija se nanaša prav tako na dve dosedANJI temperaturi, ki določata značilnosti raztaljenega mineralnega materiala: na liquidus temperaturo in na kristalizacijsko temperaturo v podhlajenem stanju. Liquidus temperatura je vrednost toplotnega ravnovesja in ustreza najnižji temperaturi, pri kateri se ne zazna kristalov v ravnovesju. Da se določi to temperaturo, se vzorec razlomljenega materiala segreva do merjenja temperature za zadostno časovno obdobje, da se stvori ravnovesno stanje, t.j. npr. okoli 16 ur v praktičnih pogojih. Vzorec se nato vzame iz peči in se ga ohladi do okoliške temperature, se ga zbrusi, da tvori tanko ploščico in se ga pregleda pod mikroskopom; liquidus temperatura nato ustreza temperaturi praga med zgornjim temperaturnim območjem, kjer niso bili najdeni kristali, in spodnjim področjem, kjer se je opazilo prisotnost kristalov. Pojem "liquidus temperatura" se sam po sebi nanaša na najvišjo temperaturo, pri kateri se opazi pojav prve vrste kristalov. Bolj podrobno se lahko liquidus vrednosti meri za pojav vsake vrste kristalov ali vsaj za prevladujočo vrsto pri povišanih temperaturah, ki so relevantne znotraj obsega izuma.

Kristalizacijska temperatura v podhlajenem stanju pa po svoje ne ustreza resničnemu toplotnemu ravnovesju, temveč določa parameter, ki se ga meri pod pogoji, ki so sorazmerno blizu pogojem, ki se jih sreča med vlečenjem vlaken, in je zato posebnega pomena.

Kristalizacijska temperatura je v podhlajenem stanju značilna za to, kar se zgodi, če je material, ki se ohlaja, od začetka faze ohlajanja brez kakršnegakoli kristalizacijskega jedra. Pod tem pogojem se v večini primerov opazi, da se kristali tvorijo pri temperaturi pod liquidus temperaturo.

Da se dobi takšen material, ki je popolnoma brez kristalizacijskih jeder, je potrebno, da se dovede raztaljeni material do visoke temperature za dovolj dolgo časovno obdobje. Najmanjše časovno obdobje za obdelavo zavisi od temperature, ki je bila izbrana za izvajanje teh postopkov. V praktičnih pogojih mora biti tako dolgo, kot je potrebno, da se pri temperaturi pasivizacijskega obdelovanja ponovno raztopijo vsi kristali, ki so se stvorili pri nižji temperaturi, kjer material hitro kristalizira. Čim višja je temperatura obdelave, tem krajši je zahtevani čas obdelave. Če se vlečenje vlaken izvaja neposredno po taljenju, je temperatura taljenja lahko dovolj dvignjena, da uniči vsa kristalizacijska jedra, če so obravnavani kameni materiali sorazmerno temno obarvani z obnašanjem, ki dejansko ni različno od obnašanja temnih teles, ki zahtevajo pregrevanje, da se doseže taljenje. Po drugi strani pa je lahko potrebna izredna obdelava, predvsem če se vlečenje vlaken izvaja izhajajoč iz črepinj ali če se taljenje izvede zelo hitro, npr. z indukcijskim ogrevanjem. V takšnem primeru se material lahko obdeluje med najkrajšim obdobjem 30 minut, s tem da se ga dovede do temperature T_{SD} (zgornja temperatura razsteklitve = zgornja razsteklitvena temperatura), pri čemer ta temperatura ustreza popolni raztopitvi predhodno stvorenih kristalov znotraj 30 minut.

Kristalizacijska temperatura v podhlajenem stanju ne določa vrednosti toplotnega ravnovesja do takšne mere, da bi bila vsa začetna jedra, ki bi se lahko razvila, uničena. Med kratki obdobji obdelovanja kristalizacijska temperatura v podhlajenem stanju postopno narašča do te mere, da je čas obdelovanja materiala pri tej temperaturi podaljšan. Za daljše čase obdelovanja, ki so značilno daljši od 2 ur, se temperatura podhladitve ustali in več ne zavisi od časa obdelovanja, kar se je eksperimentalno preverilo z merjenji pri 16 urah in 65 urah. Kot v primeru liquidus temperature se lahko razlikuje glede na kristalno vrsto in pojem "temperatura podhladitve" kot takšen označuje "ustaljeno" temperaturo podhladitve vrste kristalov z najvišjo temperaturo.

Kristalizacijske temperature v podhlajenem stanju so lahko zelo različne od liquidus vrednosti in so lahko razločno nižje od le-teh. Pri določenih materialih obstoje razlike za nekaj 100 stopinj. Toda predvsem, in to je predvsem pomembno dejstvo, ko se

dela pri temperaturi med liquidus temperaturo in kristalizacijsko temperaturo v podhlajenem stanju, se raztaljeni mineralni material ne bo strdil znotraj spinnerja in ne bo prišlo do zamašitve spinnerjevih ustij celo pri dolgotrajnih industrijskih pogojih.

O podobnih pojavih je bilo poročano za običajne steklaste sestavke, ki so značilni po visoki vsebnosti kremena ali alkalij in katerih hitrosti kristaliziranja se lahko dobro meri. Toda pri materialih po izumu je ta pojav nastopil v veliki meri nepričakovano, saj je bilo poznano, da večina tukaj obravnavanih materialov kristalizira zelo hitro in s tem se praktično preprečuje vsakršna meritev njihovih kristalizacijskih hitrosti. To je resnejši problem v primeru postopka vlečenja vlaken z notranjim centrifugiranjem, ker je treba upoštevati, da celo, če je srednji čas zadrževanja raztaljenega mineralnega materiala v spinnerju zelo kratek, ne more biti izključeno, da je ta zadrževalni čas dolg na določenih mestih znotraj spinnerja, kar je delno res pod pogoji potekajočega industrijskega postopka.

Da se povrnemo k bolj splošnemu bistvu izuma, ima izbira kristalizacijske temperature v podhlajenem stanju kot spodnje meje seveda kot prvo posledico možnost delovanja pri temperaturi pod liquidus temperaturo. Omenili smo, da liquidus temperature raztaljenih mineralnih materialov, ki se jih uporablja znotraj obsega izuma na splošno ležijo nad 1200 °C. Vendar pa je temperaturna limita med neprekinjenim delovanjem spinnerja v razmaku 1200 °C do 1100 °C za zlitine, ki se navadno uporabljajo v industriji izolacijske steklene volne, in v razmaku 1200 °C do 1400 °C za disperzijsko ojačene zlitinske kovine, ki se jih na splošno označuje kot ODS, to je "Oxide Dispersion Strengthened", ali tudi za keramične materiale. Liquidus vrednosti so tako zelo blizu delovnih mejnih temperatur in zelo lahko je videti vse prednosti, ki se jih da izvesti od možnosti delovanja pri nižjih temperaturah, predvsem s stališča delovne življenske dobe spinnerja in možnosti izbire zlitin za spinner, ki so sorazmerno manj temperaturno obstojne, imajo pa boljše značilnosti mehanske odpornosti.

Nadalje je bilo zgoraj omenjeno, da možnost vlečenja vlaken iz danega materiala z notranjim centrifugiranjem ni izključno omejena z značilnostmi spinnerja temveč predvsem z reološkimi značilnostmi materiala. Da se pretvori material v vlakna, je dejansko nujno potrebno, da ne kristalizira znotraj spinnerja in da ima viskoznost, ki dopušča taljenje v vlakna. Na splošno je poznano, da nad 8000 Pa.s viskoznost postane dejansko neprehodna ovira za tanjenje vlaken, vsaj pod industrijskimi pogoji, vendar z materiali, ki se jih obravnava v obsegu izuma, se te vrednosti 8000 Pa.s ne more uporabljati v praksi, ker material zelo iznenada prehaja iz mnogo nižje viskoz-

nosti do nedoločene vrednosti viskoznosti. V takšnih primerih je zgornja meja za viskoznost vrednost, ki ustreza najnižji temperaturi, pri kateri se viskoznost μ materiala še vedno obnaša v skladu s t. im. Vogel-Fulcher-Tammannovo enačbo

$$\log \mu = A + B/(T-C),$$

pri čemer T predstavlja temperaturo v $^{\circ}\text{C}$ in A , B in C predstavljajo konstante, ki so značilne za material, o katerem je govora, in se jih izračuna na način, ki je znan sam po sebi, iz treh parov meritev μ in T za ta material. V večini primerov bo ta meja, ki jo je treba upoštevati, dejansko reda velikosti 350 ali celo 300 Pa.s, to se pravi, vrednost od $\lg \mu$ bo med 3,47 in 3,54; iz teh razlogov bo temperatura, ki ustreza $\lg \mu = 3,5$ podana v nadaljnjem. Razen tega pri vrednostih viskoznosti preko 300/350 Pa.s viskoznost povzroča težave pri prehodu materiala skozi spinnerjeva ustja.

Po drugi strani material ne sme biti preveč tekoč v času tanjenja v vlakna. Pod vrednostjo 10 Pa.s, t.j. $\lg \mu = 2$, in včasih celo eksperimentalno pod 20 do 32/35 Pa.s, t.j. $\lg \mu = 2,3$ do $\lg \mu = 2,5$, bo raztaljeni mineralni material tvoril kapljice, ki so prisotne znotraj izdelka v obliki biserov. V praktičnem delu se je pri predloženem izumu opazilo pogostost biserov manjšo od 10 mas.% pri viskoznostih, ki so reda velikosti 10 Pa.s, in pogostost biserov, ki je manjša od 5 mas.% pri viskoznostih, ki presegajo 32/35 Pa.s. Povedati je treba, da je ta meja 10 Pa.s sorazmerno visoka in značilna za izum; z notranjim centrifugiranjem se material obdeluje pri viskoznostih, ki so komaj nekaj Pa.s in, kot je bilo omenjeno zgoraj, z zelo pomembnimi deleži izoblikovanih biserov. Številni materiali kameninskega izvora imajo viskoznosti pod to mejno vrednostjo 10/32 (35) Pa.s pri svojih liquidus temperaturah; ne da se jih torej vleči v vlakna, če se kot običajno nastavi liquidus temperaturo kot najmanjšo temperaturo za vlečenje vlaken. Izum omogoča delovanje pri mnogo nižjih temperaturah in s tem delovanje v obsegu z dobro viskoznostjo.

Omenjena težava z materialom, ki se ločuje v kapljice, in od tod izvirajoča meja 10/32(35) Pa.s ne velja le za trenutek, ko material prehaja skozi ustje spinnerja, temveč tudi skozi vse trajanje njegovega taljenja v vlakna, ki poteka izven spinnerja. Torej je treba paziti, da spinner ni znotraj zelo vročega okolja, kar bi po nepotrebnem zmanjševalo viskoznost materiala.

Predmet izuma so tudi pripravki, ki so primerni za vlečenje vlaken po postopku notranjega centrifugiranja. Ti pripravki, ki zadoščajo pogojem izuma, so tisti

pripravki, pri katerih je liquidus temperatura nad 1200 °C, in z viskoznostmi pri liquidus temperaturi pod 500 Pa.s ali celo 300 Pa.s in 200 Pa.s in, pri katerih je razlika vsaj 50 stopinj med temperaturo, ki ustreza viskoznosti 10 Pa.s, in kristalizacijsko temperaturo v podhlajenem stanju. Ta varnostni pas vsaj 50 stopinj kompenzira neizogibne spremembe temperature ravnovesja v spinerju. Posebno prdnostni so sestavki z razliko vsaj 50 stopinj med temperaturo, ki ustreza viskoznosti približno 32 Pa.s, in kristalizacijsko temperaturo v podhlajenem stanju. Nadalje so prednostni pripravki, pri katerih je tako določeno delovno območje pri sorazmerno nizkem nivoju, npr. nižjem od 1350 °C in prednostno celo nižjem od 1300 °C, zaradi težav s temperaturno odpornostjo spinerjevega materiala. Na ta način določeni sestavki so značilno takoimenovani kameni sestavki, ki se jih dobi iz enega ali glede na primer več naravnih mineralov in so brez ali vsaj v bistvu brez dodatkov in predvsem brez dodatkov natrijevega oksida.

Da se drži ravnovesno temperaturo spinerja med tema mejnima vrednostima, je potrebno, da se ga segreva, čeprav raztaljeni mineralni material že sestavlja zelo znaten toplotni izvor. V ta namen se uporablja različne grelne priprave prednostno v kombinaciji.

Izven spinerja je to predvsem obročast zunanji gorilnik, prednostno z notranjim zgorevanjem, in sicer gorilnik, ki tvori obročasti plinski tok visoke temperature v bližini zgornje strani spinerjeve obodne stene. Vroč plinski tok ni le usmerjen tako, da potuje vzdolž obodne stene spinerja, temveč tako, da tudi obdaja dele povezujočega pasu ali "tulipana", ki povezuje obodno steno s prirobnico, ki se uporablja za pritrdjevanje spinerja na njegovo nosilno gred, tudi v primeru spinerja brez dna ali z zgornjim obročem za ojačenje, to je v primeru spinerja, ki se ga poganja preko talne stene, tako da so tudi ti deli segrevani.

V ta namen se lahko uporablja dodatne gorilnike, katerih plameni so usmerjeni na povezujoči pas ali "tulipan". Druga rešitev obstoji v tem, da se priredi zunanji gorilnik v večji razdalji od zgornje strani obodne stene, tako da se plinski tok že nekoliko razširil, preden se približa spinerju in doseže ustrezen del "tulipana". Tukaj pa je treba držati razdaljo tako majhno, da se lahko vzdržuje dobro natančnost zadevajočega toka. V skladu s tretjim izvedbenim primerom po izumu, se lahko uporablja obročasti zunanji gorilnik, katerega notranja kanalna stena ima manjši premer od zunanjega premera spinerja. V tem primeru se lahko npr. zagotovi gorilnik s podaljšanim poševnim iztočnim ustjem za omejevanje plapolajočega curka

vročih plinov.

Ponovno je na zunanji strani spinnerja nameščen prednostno indukcijski grelnik z obročastim magnetom za prehajanje električnega toka z visoko ali prednostno srednje visoko frekvenco. Kot je poznano samo po sebi, se lahko obročasti magnet namesti neposredno pod spinner in koncentrično z njim. Kombinacija teh dveh grelnih priprav v bistvu prispeva k toplotnemu ravnovesju spinnerja in omeniti je treba, da je učinkovitost teh grelnih priprav boljša, čim tesneje sta nameščeni ob spinner in na ta način zunanji gorilnik prednostno segreva zgornji del centrifuge ali spinnerja, medtem ko obročasti magnet po svoje pretežno segreva talni del spinnerja. Kot se je ugotovilo, je zelo težko segrevati zgornji del obodne stene, ne da bi se segrevalo vse druge sosednje metalne dele, ki so obdani z vročim plinskim tokom in opisani; dvojni ogrevalni sistem odpravlja tehnološke težave.

Nadaljnja bistvena razlika med temi grelnimi pripravami je njihov učinek na temperaturo plina v bližini spinnerja. Indukcijski grelnik praktično ne učinkuje v tem pogledu in zato ne prispeva k ogrevanju okolja razen za majhen delež, ki izvira od segrevanja s sevanjem. Obročasti zunanji gorilnik pa po drugi strani neizogibno mora segrevati okolico do znatne stopnje, čeprav sekundaren zrak, ki se ga poseša z rotacijskim gibanjem spinnerja, in visoka hitrost obročastega plinskega toka po drugi strani zmanjšujeta uvajanje toplote od obročastega zunanjega gorilnika v okolico. Za najboljšo kakovost vlaken, predvsem glede mehanske odpornosti, pa ni prednostno, če so vlakna izpostavljena zelo vroči okolici neposredno, potem ko so izšla iz spinnerja. Pod temi vidiki je temperatura plina, ki se ga poseša iz obročastega zunanjega gorilnika prednostno omejena.

Zaradi visokih delovnih temperatur se lahko zgodi, da zunanje grelni priprave ne zadoščajo za vzdrževanje toplotnega ravnovesja spinnerja. To pomanjkljivost se lahko odpravi z dodatnimi grelnimi pripravami, ki se jih namesti znotraj spinnerja. To dodatno uvajanje toplote je prednostno doseženo s pomočjo divergirajočega notranjega gorilnika, ki je nameščen koncentrično glede na podporno gred spinnerja, katerega plameni so usmerjeni k notranjosti obodne stene. Prednostno je razmerje gorivo/zrak prilagojeno tako, da je koren plamena v neposredni bližini notranje stene. Določeno število izrastkov, ki služijo kot sredstva za zadrževanje plamena, je nadalje prednostno predvidenih na notranji steni "tulipana". Divergirajoči notranji gorilnik prispeva prednostno med 3 in 15% vnosa toplote med potekajočim neprekinjenim delovanjem, v kolikor ni odvedena od raztaljenega mineralnega

materiala. To se zdi, da je prispevek le manjšega pomena, vendar se ta toplotni vnos dogaja z izjemno natančnostjo in je izveden natančno na zahtevanem mestu in je zato izjemno učinkovit.

Divergirajoči notranji gorilnik, ki se ga uporablja med vlečenjem vlaken, prednostno dopolnjuje središčni notranji gorilnik, ki je poznan iz stanja tehnike, kjer pa je izključno uporabljan med zagonsko fazo, in je v bistvu namenjen, da segreva talno steno spinnerja ali porazdeljevalnih sredstev, ki služijo kot talna stena in se jih običajno imenuje kupa ali bolj splošno središčno področje spinnerja. Središčni notranji gorilnik predgreva kupo ali talno steno, preden pride do dovajanja raztaljenega mineralnega materiala. Po izumu je središčni gorilnik prednostno obročast gorilnik s konvergirajočim plamenom in je nameščen med nosilno gredjo spinnerja in divergirajočim središčnim notranjim gorilnikom.

Razume se, da se med zagonsko fazo prav tako uporablja zunanje grelna priprave. Lahko se uporablja, če je potrebno, celo plamenske sulice ali podobno pripravo kot dodatne grelnike. Divergirajoči notranji grelnik pa se seveda uporablja med kritično zagonsko fazo, ko še ni na razpolago vnos toplote od raztaljenega mineralnega materiala.

Ker imajo obdelovani materiali v določenih primerih nizke viskoznosti glede na viskoznosti stekel, ki se jih običajno obdeluje z notranjim centrifugiranjem je potrebno, da se prilagodi izdelovalna zmogljivost vsakega izmed spinnerjevih ustij, s tem da se ustrezno izbere dimenzije teh ustij. Tako imajo običajno ustja premer med 0,7 in 1,2 mm, da se vzdržuje izdelovalna zmogljivost okoli 1 kg na dan in na ustje pri steklih z viskoznostmi reda velikosti 100 Pa.s. Za materiale po izumu se prednostno uporablja spinner s premeri ustja med 0,15 mm in 0,7 mm ter predvsem med 0,15 mm in 0,4 mm.

Spinnerji, ki se uporabljajo za izvajanje postopkov po izumu, prednostno temeljijo na zlitinah ali keramičnih materialih, ki so odporni na toploto. Uporabljivi materiali so monolitni keramični materiali, predvsem silicijev nitrit RBSN (Reaction Bonded Silicon Nitride) vrste, ki se ga dobi z reakcijskim sintranjem silicijevega praška v dušikovi atmosferi, ali vrste Si_3N_4 ali SIALON, npr. naslednje kemijske sestave, ki je izražena v masnih odstotkih:

- Si	49,4 mas. %
- Al	4,2 mas. %

- Y	7,25 mas. %
- O	4,0 mas. %
- N	35,0 mas. %
- Fe	< 2,000 ppm
- Ca + Mg	< 1,000 ppm

Prav tako se lahko uporablja druge silicijeve nitride. Željeni kos se lahko npr. dobi s sintranjem, pri čemer se s tem izdelovalnim postopkom tudi omogoči, da se dobi željene kose sorazmerno kompleksnih oblik, in je dana možnost, da se pripravi ustja od začetka, s tem da se jih drži prosta s pomočjo palic, ki se jih izvleče, potem ko se je željeni kos izoblikovalo, pri čemer so premeri ustij končno na fino obdelani z diamantnim orodjem. Prednostno se uporablja neporozne keramične materiale, katerih gostota je kar se da blizu njihovi teoretični največji gostoti, kar ima za posledico manj korodirajoče željene kose. Ta vrsta materiala se lahko uporablja do temperature v bližini 1300 °C.

Druga kategorija keramičnih materialov, ki so uporabljivi znotraj obsega izuma, so kompoziti s keramično matriko in ojačenjem z vlakni in imajo znatno izboljšano trdnost in trdoto v primerjavi z monolitnimi keramikami. Posebno primerna za to sta keramična materiala SiC-SiC ali SiC-C z matriko iz silicijevega karbida, ki je ojačena z vlakni, ki prav tako obstojita iz silicijevega karbida (SiC-SiC) ali ogljika (SiC-C). Željeni kos se npr. izdelata, s tem da se v začetku razbije plinsko prvotno snov, ki se jo po odlaganju keramizira v predhodni obliki, ki je dosežena z impregniranjem skladovalnice priležnih vlakenskih plasti iz vlaken silicijevega karbida ali ogljenih vlaken, pri čemer je treba ustja v obodni steni prednostno izdelati s pomočjo laserskega snopa. Takšen keramičen material se lahko uporablja pod pogoji brez oksidacije pri temperaturah, ki so višje od 1200 °C za SiC-SiC in višje od 1400 °C za SiC-C.

V določenem številu primerov zadošča, če material dopušča temperaturo od 1100 °C do 1200 °C med neprekinjenim obratovanjem. V teh primerih je npr. možno uporabljati zlitine, ki temeljijo na kobaltu in so ojačene s karbidom, predvsem volframove karbide ali zlitine, ki temeljijo na niklju in so γ' ojačane. Uporablja se lahko npr. zlitine naslednje vrste:

- Ni	10 mas. %
- Cr	29 mas. %

- W	7,5 mas. %
- C	0,25 mas. %
- Co	preostanek
- Co	19 mas. %
- Cr	22,5 mas. %
- Al	3,7 mas. %
- W	2 mas. %
- Ti	1,9 mas. %
- C	0,15 mas. %
- Ta	1,4 mas. %
- Nb	1 mas. %
- Ni	preostanek

Tretja kategorija materialov, ki so na razpolago za uporabo v skladu z izumom, so ODS zlitine, ki so bile predhodno omenjene. Te ODS zlitine so razvrščene v dve veliki družini materialov, to je feritnih zlitin, ki pretežno temeljijo na železu, kot pove njihovo ime in običajno nadalje vsebujejo krom in aluminij, in austenitnih zlitin, ki temeljijo na nikelj-kromu.

Izbira zlitine je izvedena, s tem, da se dobro upošteva temperaturo spinnerja med trajnim neprekinjenim delovanjem, ampak tudi njegovo odpornost na korozijo, ki jo povzroča raztaljeni mineralni material, in njegove značilnosti v pogledu mehanske odpornosti.

Na splošno feritne zlitine zagotavljajo najboljšo odpornost na lezenje pri visokih temperaturah, je pa sorazmerno šibka njihova odpornost na toplotni udar. Glavni razlog toplotnih udarov spinnerjev je zagonska faza in torej predgrevanje spinnerja; kadar je izvedeno pravilno, močno zmanjšuje nevarnosti, ki so povezane s toplotnim udarom. Po drugi strani je nakazano, da morajo biti te feritne zlitine uporabljene le z materiali, ki jih je treba vleči v vlakna in katerih vsebnost železa, bolj natančno železovih oksidov, je sorazmerno visoka in pri vsakem razmerju nad 3 masnimi odstotki, ker bodo sicer te zlitine korodirale zelo hitro.

Austenitne zlitine na osnovi nikelj-kroma pa po drugi strani nudijo izvrstno odpornost na korozijo v primerjavi s sestavki, ki so bogati na železu, kot tudi v primerjavi s sestavki, ki so revni na železu. Njihova odpornost na toplotni udar je torej opazno

večja od tiste pri feritnih zlitinah. Po drugi strani je temperaturna meja za uporabo teh materialov znatno nižja od meje feritnih ODS zlitin; ne glede na to bo pokazano v nadaljnjem, da se je ugotovilo, da je ta mejna temperatura prav pogosto zadostna.

Oksid, ki se ga dispergira v zlitini, da tvori ODS zlitino, je prednostno itrijev oksid. Vsebnost oksida je ponavadi zelo nizka v teh materialih. Običajno je pod 1 mas.% v zlitini.

Feritne ODS zlitine, ki se jih lahko uporabi za spinnerje za vlečenje vlaken, podrobneje sestavki, ki so bogati na železu, obsegajo naslednje glavne sestavine:

- Cr	13 do 30 mas. %
- Al	2 do 7 mas. %
- Ti	< 1 mas. %
- Y_2O_3	0,2 do 1 mas. %
- Fe	preostanek

Prednostna zlitina obstoji iz:

- Fe	74,5 mas. %
- Cr	20 mas. %
- Al	4,5 mas. %
- Ti	0,5 mas. %
- Y_2O_3	0,5 mas. %

Avstenitne zlitine, ki so primerne za uporabo postopka po izumu, so lahko npr. naslednje sestave:

- Cr	15 do 35 mas. %
- C	0 do 1 mas. %
- Al	0 do 2 mas. %
- Ti	0 do 3 mas. %
- Fe	< 2 mas. %
- Y_2O_3	0,2 do 1 mas. %
- Ni	preostanek

Izdelovanje ODS zlitin in oblikovanje željenih kosov, ki temeljijo na teh zlitinah,

lahko poteka po postopkih, ki so opisani pri stanju tehnike.

Materiali, ki se jih lahko uporabi v skladu z izumom, so predvsem naravni bazalti, vendar tudi podobni sestavki, kot so le-ti, ki se jih dobi bodisi z dodajanjem kot sestavin bazaltu z namenom, da se vpliva na določene izmed njegovih lastnosti, ali s kombiniranjem materialov, pri čemer se tako omogoči, da se reproducira glavne značilnosti bazaltov, predvsem njihovo temperaturno obnašanje in posebej dejstvo, da se taljenje dosega pri temperaturah, ki na splošno niso pod 1200 °C. To so tudi mineralni sestavki, kot so pihane žlindre ali vsi tisti sestavki, ki se jih uporablja za izdelovanje takoimenovane kamene volne. Materiali, ki prihajajo v poštev, vključujejo sestavke, ki se jih označuje s pojmom "steklasti". Te zadnje se imenuje "trda stekla", da se ponazori težavo, do katere pride zaradi njihovih talilnih temperatur.

Bazalti in minerali, ki jih je treba uporabiti znotraj obsega izuma so v bistvu značilni po tem, da imajo drugače kot stekleni sestavki sorazmerno nizko vsebnost alkalnih kovin. Ta vsebnost običajno ne presega 10 mas.% in prednostno leži pod 5 mas.% alkalnih oksidov. Ta nizka vsebnost alkalnih kovin je eden izmed razlogov, zakaj taljenje poteka šele pri sorazmerno visokih temperaturah. Po drugi strani je vsebnost alkalnih zemeljskih kovin, predvsem $\text{CaO} + \text{MgO}$, višja kot v steklenih pripravkih, kar daje pojasnitev za visoko liquidus temperaturo materialov, ki jih je treba uporabiti po izumu. Takšna vsebnost alkalnih zemeljskih kovin običajno ni pod 10 mas.%. Celotna vsebnost alkalnih zemeljskih kovin lahko znaša do 35 mas.% ali več. V prednostnih izvedbenih primerih po izumu ta vsebnost leži med 8,5 in 20 mas.%.

Kar zadeva komponente zgradbe SiO_2 ali Al_2O_3 , ki jim je bil dodan fosforjev pentoksid P_2O_5 , ki določa trdoto stekla, so prednostna razmerja v skladu z izumom nižja od 75 %. Omeniti je treba, da so bazalti na splošno bogatejši na aluminiju in ustrezno manj bogati na kremenu kot steklasti sestavki. Po drugi strani pa so, kot je bilo nakazano zgoraj, "trda" stekla znotraj obsega uporabnosti predloženega izuma, v kolikor imajo iste značilnosti glede njihovega temperaturnega obnašanja in torej zahtevajo iste pogoje za svoje izdelovanje.

Bazalti so tudi bistveno različni od steklastih sestavkov zaradi njihove višje vsebnosti železovega oksida. Za prave bazalte ta vsebnost oksida leži nad 3 mas.% in običajno nad 6 mas.%.

Drugi predmet izuma so blazine iz mineralne volne, ki se jih izdeluje iz materiala, ki

ima visoko liquidus temperaturo, namreč višjo od 1200 °C, in nizko viskoznost pri svoji liquidus temperaturi, viskoznost pri liquidus temperaturi je manjša od 500 in najpogosteje manjša od 350 Pa.s, in imajo vsebnost biserov z velikostjo, ki je večja od 100 μm , manjšo kot 10 mas.% in prednostno celo manjšo kot 5 mas.%. Bolj podrobno so predmet izuma blazine z zgoraj omenjenimi značilnostmi, katerih sestava obsega agregatno vsebnost silicija in aluminija ter fosforjevega pentoksida v razpon od 67 do 73 mas.% in vsebnost talil $\text{CaO} + \text{MgO}$ v obsegu od 9 do 18 mas.%.

Izum cilja bolj podrobno proti blazinam z mikronažo F/5 g, ki je manjša od 6 in je prednostno v razponu od 2,5 do 4.

Izum cilja posebno na blazine, ki ustrezajo sestavkom, ki so določeni v naslednji tabeli, kar vse omogoča obdelovanje z vlečenim vlaknom pod najboljšimi pogoji s stališča viskoznosti znotraj spinnerja, t.j., v obsegu 32/35 do 8000 Pa.s, brez težav s kristaliziranjem materiala znotraj spinnerja med delovanjem pri temperaturi pod 1300 °C. Sestave so navedene v mas.% po izgubah zaradi gorenja.

SiO_2	50.45	51.5	52.9	52.65	54.93	52.60	46.55	48.77	50.80
Fe_2O_3	10.35	10.1	15.2	6.5	8.3	8.75	8.78	8.80	8.80
Al_2O_3	17.35	18	13.6	19.85	17.17	14.58	14.7	14.65	14.65
MnO	0.17	0.19	0.2	0.1	0.15	0.12	0.17	0.17	0.17
CaO	9.90	8.9	5.75	5.3	7.12	12.20	12.25	12.25	12.25
MgO	7.05	6.4	3.8	3.3	5.10	6.33	6.2	6.2	6.2
Na_2O	3.35	3.5	2.7	6.1	3.55	2.24	2.2	2.2	2.2
K_2O	0.45	0.61	2.20	5.5	2.19	1.05	1.02	1.02	1.01
TiO_2	0.75	0.66	3.0	0.5	1.20	1.82	1.89	1.9	1.9
P_2O_5	0.15	0.12	0.6	0.1	0.28	0.30	6.21	4	2

Pojem "blazina iz mineralne volne" namerava opredeliti vse izdelke iz mineralne volne, ki obsegajo prepletena vlakna neglede na nadaljnjo obdelavo v pogledu stiskanja, obdelovanja in podobno.

Nadaljnje podrobnosti, značilnosti in prednosti izuma bodo očitne na osnovi opisa prednostnih izvedbenih primerov v povezavi s slikami.

Sl. 1

do 7 so diagrami viskoznosti v odvisnosti od temperature za različne sestavke;

sl. 8a je shematiziran vzdolžni prerez, ki prikazuje pripravo za vlečenje vlaken za izdelovanje steklene volne, ki je poznana iz stanja tehnike;

sl. 8b predstavlja ustrezno sl. 8a izvedbeni primer priprave za vlečenje vlaken v skladu z izumom;

sl. 9 je diagram, ki prikazuje krivuljo topljenja kristalov v odvisnosti od časa in temperature;

sl. 10 je diagram, ki prikazuje temperaturo podhladitve v odvisnosti od časa;

sl. 11 je diagram, ki prikazuje težave, ki so povezane s pojavljanjem različnih vrst kristalov (diagram temperature odvisnosti velikosti kristalov).

V prvi stopnji se določa, kateri sestavek se lahko uporablja po izumu. V tabelah sestavkov ob koncu tega opisa so navedeni preizkušeni sestavki, pri čemer so sestavine navedene v mas.% po izgubi zaradi gorenja. Kar zadeva viskoznost je bila navedena temperatura, ki ustreza desetičnemu logaritmu ($\lg \mu$) viskoznosti v "0,1 Pa.s". Z izjemo sestavka 0, ki prikazuje običajen steklasti sestavek, ki se ga običajno vleče v vlakno z "notranjim centrifugiranjem", imajo vsi drugi materiali povišano liquidus temperaturo in nizko viskoznost.

Nadalje se točke grafov viskoznosti v odvisnosti od temperature, ki so podani na sl. 1 do 7, prikazuje v teh tabelah z decimalnimi logaritmi viskoznosti v 0,1 Pa.s in omejeno za vsak sestavek na temperaturno območje, za katerega je bilo eksperimen-

talno pokazano, da se material odnaša v skladu z zakonom Vogel-Fulcher-Tammanna. Na teh grafih so meje uporabnosti za izum nakazane s črtkanimi linijami v diagramih. Največja uporabljiva temperatura zavisi od odpornosti zlitine za spinner. Za sprejemljivo delovno življensko dobo zlitin ODS vrste ali celo keramične vrste je zgornja meja pri 1400 °C.

Vrednost 1200 °C, ki predstavlja spodnjo mejo, ni stroga mejna linija, temveč temelji na dejstvu, da je to poslednja meja, ki se jo dobi s pomočjo znanih in običajnih postopkov "notranjega centrifugiranja, če se poleg drugih neugodnosti sprejme zelo kratko delovno življensko dobo spinnerja.

Onstran 300 Pa.s, t.j. $\lg \mu = 3,47$, se sestavka ne da več zadovoljivo obdelovati s postopki, o katerih je govora, ker material več ne teče skozi ustja na zahtevani način. Ta zgornja meja ne pomeni praktično pomembne omejitve, v kolikor imajo raziskovani sestavki mnogo nižje viskoznosti znotraj temperaturnega obsega, o katerem se razmišlja z izumom.

Spodnja meja 10 Pa.s je zelo pomembna. Kot je bilo predhodno omenjeno, postane v vsakem primeru pod to viskoznostjo praktično nemogoče, pogosto pa že pri viskoznostih, ki so manjše od 20 Pa.s, t.j. $\lg \mu \approx 2,3$, ali celo 32/35 Pa.s, t.j. $\lg \mu \approx 2,5$, da se zadovoljivo curke, ki izhajajo iz ustij, tanji v vlakna. Da se doseže razumno mejo varnosti proti tem nizkim viskoznostim, ki preprečujejo vlečenje v vlakna s pomočjo notranjega centrifugiranja, je prednostno, da se dela s takšnimi sestavki, ki dopuščajo obdelovanje pri viskoznostih od 30 do 35 Pa.s.

Za večino od sestavkov so podane tudi liquidus temperature, pri čemer vrednosti T_{L1} in T_{L2} ustrezajo vrednostim liquidus temperature za prvi dve opaženi kristalni vrsti. Razen v primeru sestavka št. 12, kjer so rezultati obrnjeni, prva temperatura ustreza pojavu spinelov in druga temperatura silikatni fazi. Te liquidus temperature so bile merjene na naslednji način: vzorec z maso 5 g razdrobljenega materiala je segret v talilnem lončku iz platine in zlata, da se meri temperaturo v zadostnem časovnem obdobju, da se doseže ravnovesno stanje, t.j. pod praktičnimi pogoji 16 ur. Vzorec se nato vzame iz peči, se ga ohladi do okoliške temperature in pregleda pod mikroskopom; liquidus temperatura nato ustreza temperaturi praga med zgornjim temperaturnim obsegom, kjer se ne da ugotoviti nobenega kristala, in spodnjim obsegom, kjer se zazna prisotnost kristalov.

V tabelah ob koncu opisa je navedena posebna točka na krivulji topljenja kristalov v odvisnosti od časa in temperature, ki ustreza trajanju 30 minut, to se pravi temperatura T_{SD} , kot je bilo zgoraj razloženo. Splošen potek te krivulje je prikazan na sl. 9. Zelo visoke temperature ustrezajo zelo kratkim časovnim razdobjem; z drugimi besedami, ko se preide k vlečenju vlaken neposredno po taljenju, to se pravi po tem, ko se je material dovedlo do temperature, ki je značilno nad $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ za daljši čas od 30 minut v primeru bazaltnih materialov, potem ni potrebno, da bi se izvajalo kakršenkoli poseben dodaten postopek, da bi se razbilo vsa kristalizacijska jedra. Na drugem skrajnem koncu ta krivulja teži proti liquidus temperaturi, kar bi ustrezalo času topljenja, ki je na neskončnosti. Vrednosti T_{SD} so bile merjene na naslednji način: zrnati material se je dovedlo od temperature, kjer je vzorec visoko kristalizirano. Za te teste je bil material tako doveden do okoli $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ za eno uro. S kristali, ki so bili tako stvorjeni, je bil material segrevan do merilne temperature in ena od takšnih merilnih temperatur je bila nato označena kot T_{SD} , pri kateri so se vsi izmed predhodno stvorjenih kristalov raztopili znotraj 30 minut. Ta vrednost je zato podatek o temperaturi, do katere je treba segreti sestavek, da se raztopi stvorjene kristale, npr. v hladnem področju spinnerja. V obsegu izuma je temperatura T_{SD} nadvse pomembna v tem smislu, da ustreza najmanjši temperaturi, do katere je treba segreti vzorec, da se razruši kristalizacijska jedra znotraj časovnega obdobja 30 minut.

Težnja krivulje, ki predstavlja temperaturo podhladitve v odvisnosti od časa, je prikazana na sl. 10. Najpomembnejše je dejstvo, da ta graf obsega prag, nad katerim se lahko temperaturo podhladitve obravnava, kot da je stabilizirana, pri čemer je temperatura podhladitve pri 2 urah že značilna za to stabilizirano temperaturo. "Stabilizirane" temperature kristalizacije pri podhlajevanju so višje glede na linije T_{Surf1} in T_{Surf2} . Ti dve sta bili merjeni na naslednji način: 5 g materiala se je dovedlo do $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$, to se pravi do temperature $100\text{ do }200\text{ }^{\circ}\text{C}$ nad temperaturo T_{TSD1} , v talilnem lončku iz platine in zlata za čas 30 minut. Temperaturo peči se je nato znižalo do merilne temperature. Vztrajnost oz. odzivni čas peči je takšen, da se temperaturo merjenja dobi po največ $1/4$ ure. Po 2 urah časa zadrževanja pri tej temperaturi se raztaljeni material ohlaja in vzorec preišče pod mikroskopom na prisotnost kristalov. Pri sestavku št. 10 je bila merjena temperatura podhladitve za spinelno fazo, ki je višja od liquidus temperature, kar je nekaj teoretično nemogočega; ta odstopajoča vrednost je glede na visoko vsebnost borovega oksida verjetno zaradi prilagajanja testiranega sestavka v fazi predgrevanja do $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Temperaturna razlika med podhladitvijo in liquidus temperaturami se lahko po začetni hipotezi izumiteljev pojasni sklicujoč se na sl. 11, kjer je prikazana težnja krivulj hitrosti kristalne rasti (neprekinjene linije) in tvorjenja jedra (črtkane linije). Graf, ki ustreza tvorjenju jeder, je zamaknjen proti nižjim temperaturam glede na graf, ki ustreza rasti kristalov. Zato se gre, ko se začne od visoke temperature, kot je nakazano s puščico na sl. 11, pri kateri so bila razbita vsa kristalizacijska jedra, t.j. od temperature, ki je višja od zgornje razsteklitvene temperature T_{SD} , med vsaj 30 minutami skozi področje A, kjer hitrost rasti kristalov ni enaka 0 razen za liquidus točko, ki strogo ustreza ničelni kristalizacijski hitrosti, kjer pa se le-ti ne morejo razviti zaradi pomanjkanja jeder. Brez reakcije s talilnim lončkom ali z materialom spinnerja ali tudi "onesnaženjem" okolice, npr. z delci iz zraka, je zato odsotnost kristalov stabilen pojav preko daljšega časa. S poskusi je bilo preverjeno, da je temperatura podhladitve identična za meritve pri 2,5 ali 65 urah. Pri temperaturi podhladitve se začnejo pojavljati jedra. Ne glede na to je lahko hitrost tvorjenja jeder sorazmerno nizka pri temperaturah, ki niso mnogo nižje od temperature podhladitve. Kar sledi, je zakasneli pojav kristalov in celo bolj zakasneli, ker je njihova hitrost rasti tudi še vedno nizka. To bi skušalo pojasniti, zakaj je možno meriti viskoznost materiala celo pri temperaturah mnogo pod kristalizacijsko temperaturo v podhlajenem stanju s krivuljami viskoznosti, ki se jih dobi s tem, da se postopno ohlaja material. Če se z ohlajanjem nadaljuje, pride do tekmovanja z drugimi kristalnimi vrstami, toda te bodo rasle začenši od kristalov, ki so že izoblikovani, s hitrostjo, ki je včasih zelo visoka. To je razlog, zakaj je treba uporabiti vse grelnе priprave, da temperatura materiala nebi nikoli, niti po naključju, in predvsem nebi med zagonskimi fazami padla pod temperaturo T_{L2} .

Z izjemo sestavka št. 26, ki se uvršča kot steklasti sestavek, vsi sestavki v tabeli in, ki se jih uporablja v skladu z izumom, ustrezajo materialom z visokimi tališči, značilno z liquidus temperaturami med 1200 °C in 1400 °C. Večina izmed preizkušanih sestavkov ima liquidus temperature T_{L1} izven področja vlečenja vlaken ali delovnega področja ali vsaj izven prednostnega področja za vlečenje vlaken. Po drugi strani imajo vsi ti sestavki kristalizacijsko temperaturo v podhlajenem stanju, ki je v skladu s področjem vlečenja vlaken, če je to določeno na širok način, t.j. za viskoznosti med 10 in 350 Pa.s. Vendar pa sestavka št. 3 in 10 zahtevata delo pri viskoznostih pod 35 Pa.s, kar pa, kot je bilo navedeno zgoraj, zelo olajšuje pojavljanje biserov.

Po drugi strani je potrebno omeniti, da je sestavek št. 8 prav posebno trd in ima liquidus temperaturo nad 1300 °C, se ga pa lahko ne glede na to uporablja za

vlečenje vlaken pri sorazmerno visoki viskoznosti, pri čemer se viskoznost 320 Pa.s doseže pri temperaturi 1268 °C, kar daje dodaten pas več kot 50 stopinj v primerjavi s kristalizacijsko temperaturo v podhlajenem stanju.

Prednostni sestavki po izumu, ki tudi omogočajo delovanje v temperaturnem intervalu vsaj 50 stopinj, so sestavki št. 1, 2, 4, 5, 8, 13, 14, 15 in 16. Pri teh prednostnih sestavkih leži vsebnost kremena in aluminija in fosforjevega pentoksida med 67 in 73 mas.%. Za te sestavke leži vsebnost talil $\text{CaO} + \text{MgO}$ med 8,5 in 18 mas.%.

Uporaba izuma je ponazorjena s pomočjo sl. 8a in 8b, ki prikazujeta shematično predstavitev naprave po stanju tehnike oz. po izumu.

Priprava, ki se jo uporablja pri izumu, je izvedena iz aparata, ki se ga ponavadi uporablja za izdelovanje steklene volne s pomočjo notranjega centrifugiranja in je predmet podrobnih opisov, predvsem v opisih patentnih listin FR-B1-2443436 in EP-B1-91381. Ta znana priprava, ki je predstavljena na sl. 8a, obstoji v bistvu iz spinnerja 1, katerega obodna stena 2 ima množico izstopnih ustij. Obodna stena 2 je povezana s prirobnico 3 preko povezujočega pasu 4, ki se ga imenuje "tulipan" zaradi njegove oblike. Kot je prikazano s pomočjo slike, so obodna stena 2, tulipan 4 in prirobnica 3 izvedeni kot celota v enem samem enotnem kosu.

Prirobnica 3 je nameščena na nosilni gredi 5, ki je votla v prikazanem izvedbenem primeru, in skozi to votlino se dovaja raztaljeni mineralni material.

Nosilna gred 5 ali celo prirobnica 3 nadalje nosi koncentrično porazdeljevalno sredstvo 6, ki se ga običajno imenuje "kupa" ali "košara". Porazdeljevalna kupa 6 z obodno steno, ki ima sorazmerno nizko število ustij s sorazmerno velikimi premeri, služi kot stena dna spinnerja in porazdeljuje tok staljenega mineralnega materiala, s tem da ga ločuje v množico curkov, ki so razpršeni po notranjem obodu obodne stene 2.

Spinner 1 je obdan z različnimi grelnimi pripravami; obročasti magnet 7 indukcijskega grelnika, ki predvsem ogreva talni del spinnerja 1, predvsem, da se kompenzira ohlajanje zaradi dotika z okoliškim zrakom, ki je močno ohlajen zaradi znatnih količin zraka, ki se ga sesa s sukanjem spinnerja 1, in z vodno hlajenim obročastim zunanjim gorilnikom 8. Konca sten 9 in 10 kanala zunanjega gorilnika 8 sta nameščena v majhni razdalji h od spinnerja 1, npr. v razdalji reda velikosti 5 mm, kot je prikazano s

skico nad levo stranjo slike 8a.

Obročasti zunanji gorilnik 8 tvori visoko temperaturo in zelo hiter plinski tok, ki je v bistvu usmerjen v navpični smeri in tako prehaja vzdolž obodne stene 2. Plinski tok po drugi strani služi temu, da ogreva ali vzdržuje temperaturo obodne stene 2 in po drugi strani prispeva k tanjenju curkov odvrženega raztaljenega materiala v vlakna.

Kot je bilo prikazano na risbi, je zunanji gorilnik 8 prednostno obdan s pihalnim obročem 11 za hladen zrak, katerega glavni namen je, da omejuje radialno raztezanje vročega plinskega toka in s tem preprečuje izoblikovanje vlakna, da bi prišla v dotik z obročastim magnetom 7.

Ti zunanji gorilniki spinnerja 1 so na svoji notranji strani dopolnjeni z notranjim obročastim gorilnikom 12, ki je nameščen znotraj nosilne gredi 5 in se ga uporablja le med zagonsko fazo enote za vlečenje vlaken za predgrevanje kupe 6.

Kot je prikazano na sl. 8b, priprava po izumu obstoji iz istih komponent in v nadaljnjem se bo obravnavalo le razlike.

Najbolj očitna razlika zadeva položaj zunanjega gorilnika, ki je prikazan pri 13, s stenama 14 in 15 kanala, katerega konca sta nameščena v razdalja h' nad obodno steno 19 spinnerja, ki je izrazito večja od razdalje h po sl. 8a. Tudi te razmere so na poenostavljen način prikazane zgoraj na desni strani sl. 8b. Razdalja h' je npr. med 15 mm in 30 mm in prednostno med 20 mm in 25 mm in je mnogo bolj primerna, saj ta razdalja dopušča visoko natančnost pretoka plinskega toka. Nadalje ima notranja stena 14 kanala premer, ki je izrazito manjši od premera zgornje strani obodne stene 19. Da se vodi plinski tok za emisijo, je izstopno ustje zunanjega gorilnika 13 omejeno z dvema poševnima ploskvama 16 in 17 pod pravim kotom druga na drugo. Da se omeji probleme z radialnim raztezanjem vročega plina proč od gorilnika 13, je zunanja poševna ploskev 13 le okoli polovico tako dolga kot njena nasprotna stran 16 in se končuje v bistveno navpični steni 18. Poševna ploskev 16 in stena 18 se končujeta na višini nad spinnerjem, kar v bistvu ustreza navpični razdalji h kanalnih sten 9 in 10 običajnega zunanjega gorilnika 8 (sl. 8a).

S takšno razporeditvijo zunanjega gorilnika 13 se segreva ne le obodna stena 19 spinnerja 1', temveč tudi tulipan, ki je sedaj prikazan pod 20. Plinski tok pa naj se ne bi dvigoval vzdolž tulipana 20 in ogreval nosilne gredi 22 spinnerja, ki je sedaj prikazan

pri 1'. Da bi se izognilo temu, se lahko predvidi obročasti izrastek 21 ali drugačno vrteče se tesnilo, da se ga namesti tukaj, npr. na polovični višini tulipana 20, pri čemer se s to lego določi dolžino tulipana, ki se ga greje z obročastim plinskim tokom. Prav tako se lahko vzpostavi pritisk med nosilno gredjo 22 in obodno steno 23. V ta namen se lahko npr. hladen zrak uvaja na zgornji strani nosilne gredi 22, pri čemer je to uvajanje bolj prednostno v smeri pravokotno na os obračanja, saj se naj s tem tukaj dobi le tekočinsko bariero in ne tok hladnega zraka, usmerjen proti tulipanu 20.

Nadaljnja primerjava med slikama 8a in 8b prikazuje bolj bistveno razliko v tem, da je bil predviden drugi notranji gorilnik 25, ki je nameščen koncentrično okoli središčnega notranjega obročastega gorilnika, ki je sedaj prikazan pri 26 in kot običajno služi ogrevanju kupe, ki je sedaj prikazana pri 27. Notranji gorilnik 25 je obročasti gorilnik z divergirajočimi plameni, ki so usmerjeni k notranji površini obodne stene 19 in tulipana 20. Razporeditev plamenov je prednostno optimizirana z izrastki 29 na notranji strani tulipana 20, ki služijo kot sredstvo za zadrževanje plamena.

V primeru izvedbenega primera na sl. 8b ima kupa 27 sorazmerno debelo talno steno 28, ki je npr. tvorjena iz keramične plošče ali iz toplotno neprevodnega betona, da se izogne hitri eroziji s strani raztaljenega mineralnega materiala. Razen tega debela talna stena 28 služi kot toplotna izolacija in s tem preprečuje ohlajanje notranjosti talne stene zaradi inducirane plinskega ali zračnega toka ali toka, ki je vsesavan zaradi rotacije spinnerja 1'.

Končno se lahko omeni, da je bila oblika spinnerja nekoliko spremenjena, da se doseže čase zadrževanja raztaljenega mineralnega materiala v spinnerju, ki so kar se da kratki. Ta prilagoditev lahko v bistvu obstoji iz zmanjšanja celotne višine obodne stene - za identično celotno višino perforacije - na ta način, da se ohrani zadnjo vrstico ustij, ki je blizu spinnerjevega dna, da se izogne tvorjenju področij zastajanja.

Izvedlo se je teste z materialom, ki ga je treba vleči v vlakno in ustreza sestavku št. 2 z značilnostmi aparata in s spreminjanjem delovnih pogojev, navedenimi v naslednjih tabelah. Ti poskusi so bili izvedeni s spinnerji premera 200 mm in z zunanjim gorilnikom z razdaljo kanalnih sten 6,5 mm. Raztaljeni mineralni material teče v košaro ali kupo premera 70 mm z obodno steno, ki jo preluknja 150 ustij. Obseg pretoka divergirajočih notranjih gorilnikov IB je bil podan v normalnih m³ na uro.

Konvergirajoči notranji gorilnik je bil uporabljen le med obdobjem predgrevanja.

Visokotemperaturna in nizkotemperaturna točka ustrezata skrajnim temperaturam, ki so bile zaznane na obodni steni.

Omeniti je treba, da je bila temperatura raztaljenega mineralnega materiala ali "stekla" merjena s termočlenom, ki je bil nameščen ob izstopu iz peči pri okoli 2 m od dna kupe in ki je bil predhodno pravilno umerjen. Temperature, ki so navedene za spinner in za plinski tok zunanjega gorilnika so po drugi strani merjene s pomočjo optičnega pirometra na izginjajoče vlakno, ki je bil umerjen glede na črno telo. Zaradi številnih turbulenc, zaradi plinskih tokov merjene vrednosti ne morejo biti povsem natančne, po drugi strani pa se gotovo nanašajo na relativne vrednosti po primerjavi med različnimi poskusi.

Po drugi strani je treba upoštevati, da zabeležene vrednosti ustrezajo vrednostim v ravnovesju in so merjene po vsaj 15 minutah delovanja, pri čemer sta bila spinner in kupa predgreta s pomočjo vseh razpoložljivih grelnih priprav (z izjemo divergirajočega notranjega gorilnika pri prvem poskusu).

Spinnerji, ki se jih uporablja za te teste, so izdelani iz ODS zlitine austenitne vrste na osnovi niklja in imajo 30 % kroma, temperaturo tališča 1380 °C, raztržno trdnost 130 MPa pri temperaturi 1150 °C, odpornost na lezenje 70 ali 55 MPa po 1000 urah pri temperaturi 1150 °C oz. 1250 °C ter razteznost 5 % pri temperaturi 1250 °C.

V primeru feritne zlitine ODS zlitina obsega železovo osnovo z 20 % kroma in 5,5 % aluminija. Njeno tališče je 1480 °C, njena raztržna trdnost 110 MPa pri temperaturi 1150 °C, njena odpornost na lezenje po 1000 urah je enaka 60 ali 50 MPa pri temperaturi 1150 °C oz. 1250 °C in je njena razteznost 3 % pri 1200 °C.

Kar zadeva kakovost izdelanih vlaken, vrednost F/5 g ustreza mikronaži. Mikronaža je standardni postopek za določanje finoče vlaken in se ga tekoče uporablja pri izdelovalcih mineralne vode; kar se tiče podrobnosti, navajamo na nemški industrijski standard (DIN) 53941 "določanje mikronaže" in na standard ASTM D 1448 "določanje mikronaže bombažnih vlaken". Takoimenovani lahki izolacijski izdelki iz steklene volne, za katere je glavni kriterij toplotna upornost (zviti izdelki z gostoto 40 kg/m³ pogosto temeljijo na mineralni volni z mikronažo 3, medtem ko težji izdelki, za katere se zahteva znatna mehanska odpornost, temeljijo na vlaknih z mikronažo 4).

Prvi poskus z zelo vročim steklom in spinerjem, v bistvu je bil predgret z obročastim zunanjim gorilnikom, ki je izveden, kot je predstavljeno na sl. 8a, je omogočalo izdelovanje mineralne volne dobre kakovosti z nizko vsebnostjo biserov, vendar z zelo kratko življensko dobo spinerja. Po 30 minutah je moralo biti vlečenje vlaken zaustavljeno, ker je bila večina ustij zamašena. Med analizo je bilo dodatno ugotovljeno, da se je spiner stalil na določenih mestih. Temperaturni pogoji so bili takšni, da je bilo hkrati prevroče, t.j. zelo visoke temperature stekla, in prehladno, t.j. spiner le pri temperaturi 1200 °C.

Druga značilna točka je spinerjevega temperatura pri zagonu. Pri izvedbi poskusa 1 je predgrevanje spinerja bilo zares doseženo le s pomočjo zunanjih grelnih priprav in konvergirajočega notranjega gorilnika. Pod temi pogoji je bila najbolj vroča točka temperatura, nižja od 950 °C, in spodnje točke pod 900 °C so bile nadalje opažene, tako da začetek dovajanja povzroča znaten toplotni udar in dejansko utemeljuje nevarnosti zamašitve.

Iz tega razloga se je med predgrevanjem in med vlečenjem vlaken v nadaljnjih poskusih uporabljalo divergirajoči notranji gorilnik. Pod temi pogoji je bilo možno dvigniti temperaturo spinerjeve obodne stene za okoli 200 °C in jo s tem dovesti do okoli 1150 °C, tako da je bila, potem ko se je enkrat dovajanje začelo, temperatura materiala vedno višja od kristalizacijske temperature v podhlajenem stanju za spinelno fazo, t.j. od temperature 1250 °C. Naslednji poskusi so bili sicer izvedeni z zunanjim gorilnikom po izumu. Kot je očitno iz tabel, je ta konfiguracija dopuščala, da se dvigne temperaturo preluknjane stene spinerja zelo znatno, medtem ko se je hkrati spustilo temperaturo stekla. Obe uporabljeni zlitini sta dali zadovoljive rezultate, nekaj, kar je bilo sorazmerno nepričakovano pri austenitni zlitini, ki je toplotno najmanj obstojna.

Učinkovitost takšnih razporeditev je bila neposredna, saj je bila življenska doba spinerja 13 ur 30 minut v poskusu št. 2 in 26 ur v poskusu št. 3 ob nižji temperaturi stekla ampak močnejšem delovanju grelnih priprav.

Najboljše rezultate se je doseglo s spinerjevo temperaturo v bližini 1260 do 1270 °C, pri čemer za ta sestavek viskoznost leži med 35 in 100 Pa.s za temperature med 1300 °C in 1216 °C, kar je torej povsem znotraj postopka vlečenja vlaken. Ta temperatura je znatno pod liquidus temperaturo, t.j. 1290 °C, vendar izrazito višja od

zgornje kristalizacijske temperature v podhlajenem stanju.

Poskusa 3 in 4 sta bila izvedena z urjeno temperaturo, pri čemer se je merilo točke pod vrednostjo temperature T_{Surfl} . Te težnje kažejo, da je možno vleči vlakna celo med časovnimi razmiki, ki presegajo 20 ur pri kritičnih pogojih, pri čemer pa se ostane jasno nad kristalizacijsko temperaturo v podhlajenem stanju silikatne faze, in ves čas je treba upoštevati, da negotovosti pri natančnosti merjenja zahtevajo določeno previdnost pri tolmačenju.

Življenske dobe spinnerja se začnejo povečevati, ko se premeri ustij spinnerja zmanjšujejo. Tako se je življenska doba med poskusom 4 in poskusom 5 več kot podvojila od 23 ur na več kot 50 ur, vlečenje vlaken je bilo namreč namenoma prekinjeno. V skladu z izumom je prednostni premer manjši od 0,4 mm, medtem ko je ostal večji od 0,10 mm.

Prav tako je bilo možno ugotoviti, da se je najboljše rezultate doseglo z izravnavanjem različnih virov toplotnega vnosa, predvsem s postopanjem s sorazmerno visokim pretokom plina notranjega gorilnika, vendar s komaj 1/10 pretoka zunanjega gorilnika, in s podobno veliko močjo, ki se jo dovaja obročastemu magnetu.

Uporaba načel predloženega izuma je posebno prednostna v povezavi s predmetom vzporedne patentne prijave z nazivom "postopek in aparat za izdelovanje mineralne volne in z njima izdelana mineralna volna", ki jo je vložila ista družba prijaviteljica istega dne in je s tem njena polna vsebina preko navedbe vključena tukaj.

	TEST 1	TEST 2	TEST 3
Pretok vlečenja (t/d)	3,0	4,0	4,8
Steklo (°C)	1.570	1.545	1.520
Zlitina	austenitna	austenitna	feritna
Število ustij	10.080	9.000	9.000
Premjer ustij (mm)	0,4	0,4	0,4
Zunanji gorilnik	sl. 8a	sl. 8b	sl. 8b

Divergirajoči notranji
gorilnik

(normalni m ³ /h)	0	2,6	2,6
Zgornja točka (°C)	1.200	1.280	1.265
Spodnja točka (°C)	je ni bilo	1.250	1.230
F/5 g	2,65	3,3	3,5
Srednji premer (μm)	4,2	4,7	4,7
Biseri >100 μm (mas.%)	1,5	2,8	4,0

TEST 4

TEST 5

TEST 6

Pretok vlečenja (t/d)	5,9	5,8	5,8
Steklo (°C)	1.490	1.475	1.490
Zlitina	feritna	austenitna	austenitna
Število ustij	9.080	9.000	9.000
Premer ustij (mm)	0,35	0,3	0,3

Zunanji gorilnik

sl. 8b

sl. 8b

sl. 8b

Divergirajoči notranji
gorilnik

(normalni m ³ /h)	2,5	2,5	3,5
Zgornja točka (°C)	1.275	1.280	1.290
Spodnja točka (°C)	1.210	1.255	1.240
F/5 g	3,5	3,0	3,1
Srednji premer (μm)	4,7	3,2	4,5
Biseri >100 μm (mas.%)	3,1	1,5	0,6

TABELA SESTAVKOV

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
SiO ₂	50.45	51.5	49.40	52.9	54.93	56.0	52.26	52.65	49.40	47.90	47.5	55.3	52.60	46.55	48.77
Fe ₂ O ₃	10.35	10.1	11.75	15.2	8.3	12.18	7.6	6.5	10.10	9.80	9.7	7.78	8.75	8.78	8.80
Al ₂ O ₃	17.35	18	15.8	13.6	17.17	14.37	18.96	19.85	17.00	16.40	16.3	19.1	14.58	14.7	14.65
MnO	0.17	0.19	0.2	0.2	0.15	0.23	0.1	0.1	0.15	0.15	0.16	0.12	0.12	0.17	0.17
CaO	9.90	8.9	10.80	5.75	7.12	6.3	6.52	5.3	9.70	9.4	12.4	10.4	12.20	12.25	12.25
MgO	7.05	6.4	6.4	3.8	5.10	4.48	4.31	3.3	6.90	6.70	6.7	3.9	6.33	6.2	6.2
Na ₂ O	3.35	3.5	3.1	2.7	3.55	3.2	5.52	6.1	3.25	3.15	3.20	1.8	2.24	2.2	2.2
K ₂ O	0.45	0.61	0.4	2.20	2.19	1.49	4.11	5.5	0.45	0.40	0.40	0.68	1.05	1.02	1.02
TiO ₂	0.75	0.66	2.1	3.0	1.20	1.33	0.5	0.5	0.75	0.70	0.70	0.83	1.82	1.89	1.9
P ₂ O ₅	0.15	0.12	-	0.6	0.28	0.34	0.1	0.1	0.15	0.14	2.9	-	0.30	6.21	4
B ₂ O ₃	-	-	-	-	-	-	-	-	2.15	5.25	-	-	-	-	-
SiO ₂ ⁺	68	69.6	62.5	67.1	72.4	70.7	71.1	72.5	66.55	66.44	66.7	74.4	67.48	67.46	67.42
Al ₂ O ₃ ⁺															
+P ₂ O ₅															
CaO+MgO	17	15.3	17.2	9.5	12.2	10.8	10.8	8.6	16.60	16.10	19.1	14.3	18.53	18.45	18.45
I _{gr} = 2	1,369°C	1,406°C	1,318°C	1,442°C	1,470°C	1,520°C	1,520°C	1,597°C	1,346°C	1,332°C	1,327°C	1,509°C	1,370°C	1,352°C	1,363°C
I _{gr} = 2.5	1,270°C	1,300°C	1,222°C	1,327°C	1,360°C	1,397°C	1,403°C	1,467°C	1,248°C	1,233°C	1,240°C	1,400°C	1,270°C	1,255°C	1,264°C
I _{gr} = 3	1,191°C	1,216°C	-	1,238°C	1,268°C	1,297°C	1,305°C	1,364°C	1,168°C	1,151°C	1,162°C	1,309°C	1,188°C	1,176°C	1,184°C
I _{gr} = 3.5	1,120°C	1,139°C	-	1,160°C	1,185°C	1,205°C	1,216°C	1,268°C	1,097°C	1,080°C	1,096°C	1,225°C	1,115°C	1,104°C	1,112°C
T _{L1}	1,310°C	1,290°C	1,220°C	1,330°C	1,270°C	1,290°C	1,290°C	1,310°C	1,260°C	1,230°C	1,210°C	1,270°C	1,230°C	1,220°C	1,230°C
T _{L2}	1,230°C	1,220°C	1,210°C	1,220°C	1,220°C	1,170°C	1,180°C	1,150°C	1,210°C	1,170°C	1,200°C	1,250°C	1,220°C	1,200°C	1,200°C
T _{SD 1}	1,340°C	1,350°C	1,280°C	1,350°C	1,300°C	1,300°C	1,340°C	1,350°C	1,300°C	1,270°C	1,250°C	1,320°C	1,290°C	1,380°C	1,360°C
T _{SD 2}	1,250°C	1,260°C	1,220°C	1,290°C	1,250°C	1,230°C	1,200°C	1,210°C	1,230°C	1,170°C	1,220°C	1,290°C	1,250°C	1,210°C	1,220°C
T _{Surf 1}	1,250°C	1,250°C	1,200°C	1,260°C	1,230°C	1,270°C	1,190°C	1,200°C	1,260°C	1,270°C		1,160°C	1,170°C	1,180°C	1,160°C
T _{Surf 2}	1,150°C	1,120°C	1,130°C	1,100°C	1,100°C	1,090°C	1,150°C	1,110°C	1,110°C	1,100°C		1,140°C	-	1,050°C	1,100°C

TABELA SESTAVKOV (nadaljevanje)

	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	0
SiO ₂	50.80	47.01	57.85	58.54	61.2	59.08	56.26	50.25	53.71	49.3	60.7	58.3		63
Fe ₂ O ₃	8.80	12.1	0.16	0.19	6.1	0.27	0.13	2.85	2.6	8.4		0.14		0.3
Al ₂ O ₃	14.55	14.7	2.9	3.85	0.1	3.15	2.9	6.5	5.8	15.6	0.2	7		3
MnO	0.17	0.24	-	0.03	0.01	-	0.02		0.01					
CaO	12.25	10.1	28	25	18.6	22.1	23.2	20.9	29.9	13.9	16.5	24.85		7.35
MgO	6.2	8.6	6.4	9.25	9.3	15.1	4.	12	3.2	7.6	3.2	5		3.1
Na ₂ O	2.2	3.06	1.2	0.05	4.5	0.06	9.1	6.4	3.1	3.5	15.4	0.02		14.1
K ₂ O	1.01	1.40	0.55	0.08	0.04	0.09	0.8	0.75	1.4	0.5	0.7	0.05		0.8
TiO ₂	1.9	2.6	0.12	0.02	0.14	0.02	0.07	0.35	0.12	1.0		0.14		
P ₂ O ₅	2	-	2.6	2.85	-	-	-	-	-	-	3.3	4.5		5.9
B ₂ O ₃	-	-	-	0.05	-	-	3.25	-	-	-	-	-		
SiO ₂ + Al ₂ O ₃ + P ₂ O ₅	67.45	61.71	63.35	65.24	61.3	62.23	59.16	56.75	59.51	64.9	64.2	69.8		71.9
CaO+MgO	18.45	18.7	34.4	34.25	27.9	37.2	27.2	32.9	33.1	21.5	19.7	29.85		10.45
lgμ = 2	1,368°C	1,279°C	1,255°C	1,319°C	1,276°C	1,280°C	1,200°C	1,180°C	1,265°C	1,310°C	1,220°C	1,408°C		1,317°C
lgμ = 2.5	1,269°C	1,190°C	1,175°C	1,235°C	-	-	-	-	1,180°C	1,225°C	1,100°C	1,310°C		1,187°C
lgμ = 3	1,188°C	-	1,100°C	1,169°C	-	-	-	-	1,120°C	1,150°C	1,015°C	1,235°C		1,084°C
lgμ = 3.5	1,116°C	-	-	1,112°C	-	-	-	-	-	-	950°C	1,170°C		1,000°C
T _{L1}	1,230°C	1,300°C	1,290°C	1,330°C		1,360°C	1,230°C	1,300°C	1,350°C	1,230°C	1,120°C	>1,300°C		920°C
T _{L2}	1,200°C	1,200°C	-	-										
T _{SD1}	1,320°C	1,320°C												
T _{SD2}	1,220°C	1,230°C												
T _{Surf 1}	1,160°C	1,270°C	1,150- 1,200°C	1,250- 1,300°C								1,300°C 1,400°C		
T _{Surf 2}	1,140°C	1,150°C												

Za

ISOVER SAINT-GOBAIN:

PATENTNA PISARNA
LJUBLJANA

PATENTNI ZAHTEVKI

1. Postopek za izdelovanje mineralne volne iz materiala, ki je dobro tekoč pri visoki liquidus temperaturi, predvsem nad 1200 °C, z viskoznostjo pod 500 Pa.s pri liquidus temperaturi, in se raztaljeni mineralni material, potem ko se je razbilo vsa kristalizacijska jedra, dovaja v spiner, katerega obodna stena obsega množico ustij z majhnimi premeri, skozi katera se centrifugira omenjeni raztaljeni mineralni material in pri tem tvori curke, ki so v danem primeru podvrženi dodatnemu tanjilnemu učinku prednostno vročega plinskega toka, ki teče vzdolž omenjene obodne stene omenjenega spinnerja in ga tvori koncentrično obročasti zunanji gorilnik, označen s tem, da se temperaturo spinnerja med trajajočim delovanjem vzdržuje pri ravnovesni vrednosti, ki je nižja od ali enaka temperaturi, pri kateri je viskoznost raztaljenega mineralnega materiala 10 Pa.s, in je višja od kristalizacijske temperature v podhlajenem stanju omenjenega materiala, ki ga je treba vleči v vlakna.
2. Postopek po zahtevku 1, označen s tem, da se material, preden se ga dovede spinnerju, dovede do temperature, ki je višja ali enaka zgornji temperaturi T_{SD} razsteklitve materiala v teku obdobja vsaj 30 minut, tako da se zatre vsakršno kristalizacijsko jedro, ki bi se lahko predhodno stvorilo.
3. Postopek po zahtevku 1 ali 2, označen s tem, da je kristalizacijska temperatura v podhlajenem stanju za omenjeni material, ki ga je treba vleči v vlakno, izbrana tako, da je enaka temperaturi "stabilizirane" kristalizacije v podhlajenem stanju.
4. Postopek po kateremkoli izmed zahtevkov 1 do 3, označen s tem, da se dovod energije spinnerju doseže delno z notranjimi grelnimi pripravami, ki delujejo med vlečenjem vlaken.

5. Postopek po zahtevku 4, označen s tem, da so omenjene notranje grelnе priprave v glavnem sestavljene iz divergirajočega notranjega obročastega gorilnika.
6. Postopek po zahtevku 5, označen s tem, da so plameni omenjenega divergirajočega notranjega gorilnika stvorjeni v neposredni bližini notranjosti spinnerjeve obodne stene.
7. Postopek po zahtevku 5 ali 6, označen s tem, da se plamene omenjenega divergirajočega notranjega gorilnika drži v bližini notranje površine omenjene spinnerjeve obodne stene omenjenega spinnerja s pomočjo sredstev za zadrževanje plamena, ki so nameščena na notranji površini v obliki tulipana oblikovanega krila omenjenega spinnerja.
8. Postopek po kateremkoli izmed predhodnih zahtevkov, označen s tem, da je obročasti zunanji gorilnik nameščen v razdalji 15 do 20 mm od zgornjega roba omenjene obodne stene spinnerja.
9. Postopek po kateremkoli izmed zahtevkov 1 do 8, označen s tem, da obročasti zunanji gorilnik obsega notranjo in prednostno tudi zunanjo steno iztočnega kanala za izhajanje vročih plinov s premerom, ki je manjši od premera zgornje strani omenjene obodne stene omenjenega spinnerja.
10. Postopek po kateremkoli izmed zahtevkov 1 do 9, označen s tem, da omenjeni obročasti zunanji gorilnik obsega steno izstopnega kanala za pretok vročega plina, ki so podaljšani s poševnimi izstopnimi ustji, ki omejujejo plapolajoč praznilni tok vročih plinov.
11. Postopek po kateremkoli izmed zahtevkov 8 do 10, označen s tem, da je povraten tok vročih plinov vzdolž nosilne gredi omenjenega spinnerja priključen s tesnečim izrastkom ali z vrtečim se tesnilom.
12. Postopek po kateremkoli izmed zahtevkov 1 do 11, označen s tem, da se omenjeni spinner lahko segreva s pomočjo obročastega indukcijskega grelnika.
13. Postopek po kateremkoli izmed zahtevkov 1 do 12, označen s tem, da se omenjeni raztaljeni mineralni material dovaja razdeljevalnemu sredstvu ali kupi, katerega

talna stena je zaščitena s ploščo toplotno odpornega izolirajočega materiala, predvsem temelječega na keramičnem materialu ali toplotno odpornem betonu.

14. Postopek po kateremkoli izmed zahtevkov 1 do 13, označen s tem, da je spiner izoblikovan tako, da se prepreči področja, kjer se lahko zadržuje mineralni material.

15. Postopek po kateremkoli izmed zahtevkov 1 do 14, označen s tem, da omenjeni spiner obstoji iz zlitine na osnovi kobalta, ki je ojačena s karbidi, predvsem z volframovim karbidom.

16. Postopek po kateremkoli izmed zahtevkov 1 do 14, označen s tem, da spiner obstoji iz zlitine na osnovi niklja z γ' ojačenjem.

17. Postopek po kateremkoli izmed zahtevkov 1 do 14, označen s tem, da omenjeni spiner obstoji iz keramičnega materiala.

18. Postopek po zahtevku 17, označen s tem, da omenjeni spiner obstoji iz keramičnega materiala vrste silicijevega nitrída.

19. Postopek po zahtevku 17, označen s tem, da omenjeni spiner obstoji iz keramičnega materiala vrste SiC-SiC ali vrste SiC-C.

20. Postopek po kateremkoli izmed zahtevkov 1 do 14, označen s tem, da omenjeni spiner obstoji iz ODS zlitine, ki je ojačena z oksidno disperzijo.

21. Postopek po zahtevku 20, označen s tem, da spiner obstoji iz feritne ODS zlitine z naslednjimi glavnimi sestavinami:

- Cr	13 do 30 mas. %
- Al	2 do 7 mas. %
- Ti	manj od 1 mas. %
- Y_2O_3	0,2 do 1 mas. %
- Fe	preostanek

22. Postopek po zahtevku 20, označen s tem, da omenjeni spiner obstoji iz austenitne ODS zlitine z naslednjimi glavnimi sestavinami:

- Cr	15 do 35 mas. %
- C	0 do 1 mas. %
- Al	0 do 2 mas. %
- Ti	0 do 3 mas. %
- Fe	manj od 2 mas. %
- Y_2O_3	0,2 do 1 mas. %
- Ni	preostanek

23. Blazina iz mineralne vode, označena s tem, da je izdelana iz materiala z liquidus temperaturo, ki je višja od 1200 °C in je viskoznost nižja od 500 Pa.s pri njegovi liquidus temperaturi in je vsebnost biserov z velikostjo, ki presega 100 µm, nižja od 10 mas. % v sestavku, ki ima temperaturno območje večje od 50 °C med temperaturo, ki ustreza viskoznosti 10 Pa.s, in zgornjo kristalizacijsko temperaturo v podhlajenem stanju.

24. Blazina iz mineralne volne, označena s tem, da je izdelana iz materiala z liquidus temperaturo, ki je višja od 1200 °C in je viskoznost nižja od 500 Pa.s pri njegovi liquidus temperaturi in ima vsebnost biserov z velikostjo, ki presega 100 µm, manjšo od 5 mas. %, pri čemer ima sestavek temperaturno območje z več kot 50 °C med temperaturo, ki ustreza viskoznosti 35 Pa.s, in zgornjo kristalizacijsko temperaturo v podhlajenem stanju.

25. Blazina iz mineralne volne po enem izmed zahtevkov 23 ali 24, označena s tem, da je kristalizacijska temperatura v podhlajenem stanju nižja od 1300 °C in prednostno celo nižja od 1250 °C, s čimer se omogoča vlečenje vlaken pod 1350 °C in prednostno celo pod 1300 °C.

26. Blazina iz mineralne volne, označena s tem, da je izdelana iz materiala z liquidus temperaturo, ki je višja od 1200 °C, in viskoznostjo, ki je nižja od 500 Pa.s pri njegovi liquidus temperaturi, pri čemer ima vsebnost biserov z velikostjo, ki presega 100 µm, pod 10 mas. % in prednostno pod 5 mas. % ter je agregatna vsebnost kremena + aluminija + fosforjevega pentoksida med 67 in 73 % in je vsebnost talil CaO + MgO med 8,5 in 20 %.

27. Blazina iz mineralne volne, označena s tem, da je vsebnost biserov z velikostmi, ki presegajo 100 µm, pod 10 mas. % in prednostno pod 5 mas. % in ima eno izmed naslednjih sestav, pri čemer so navedbe v masnih odstotkih:

SiO ₂	50.45	51.5	52.9	52.65	54.93	52.60	46.55	48.77	50.80
Fe ₂ O ₃	10.35	10.1	15.2	6.5	8.3	8.75	8.78	8.80	8.80
Al ₂ O ₃	17.35	18	13.6	19.85	17.17	14.58	14.7	14.65	14.65
MnO	0.17	0.19	0.2	0.1	0.15	0.12	0.17	0.17	0.17
CaO	9.90	8.9	5.75	5.3	7.12	12.20	12.25	12.25	12.25
MgO	7.05	6.4	3.8	3.3	5.10	6.33	6.2	6.2	6.2
Na ₂ O	3.35	3.5	2.7	6.1	3.55	2.24	2.2	2.2	2.2
K ₂ O	0.45	0.61	2.20	5.5	2.19	1.05	1.02	1.02	1.01
TiO ₂	0.75	0.66	3.0	0.5	1.20	1.82	1.89	1.9	1.9
P ₂ O ₅	0.15	0.12	0.6	0.1	0.28	0.30	6.21	4	2

28. Blazina iz mineralne volne po kateremkoli izmed zahtevkov od 23 do 27, označena s tem, da je mikronaža pod 6/5 g in prednostno pod 2,5 do 4.

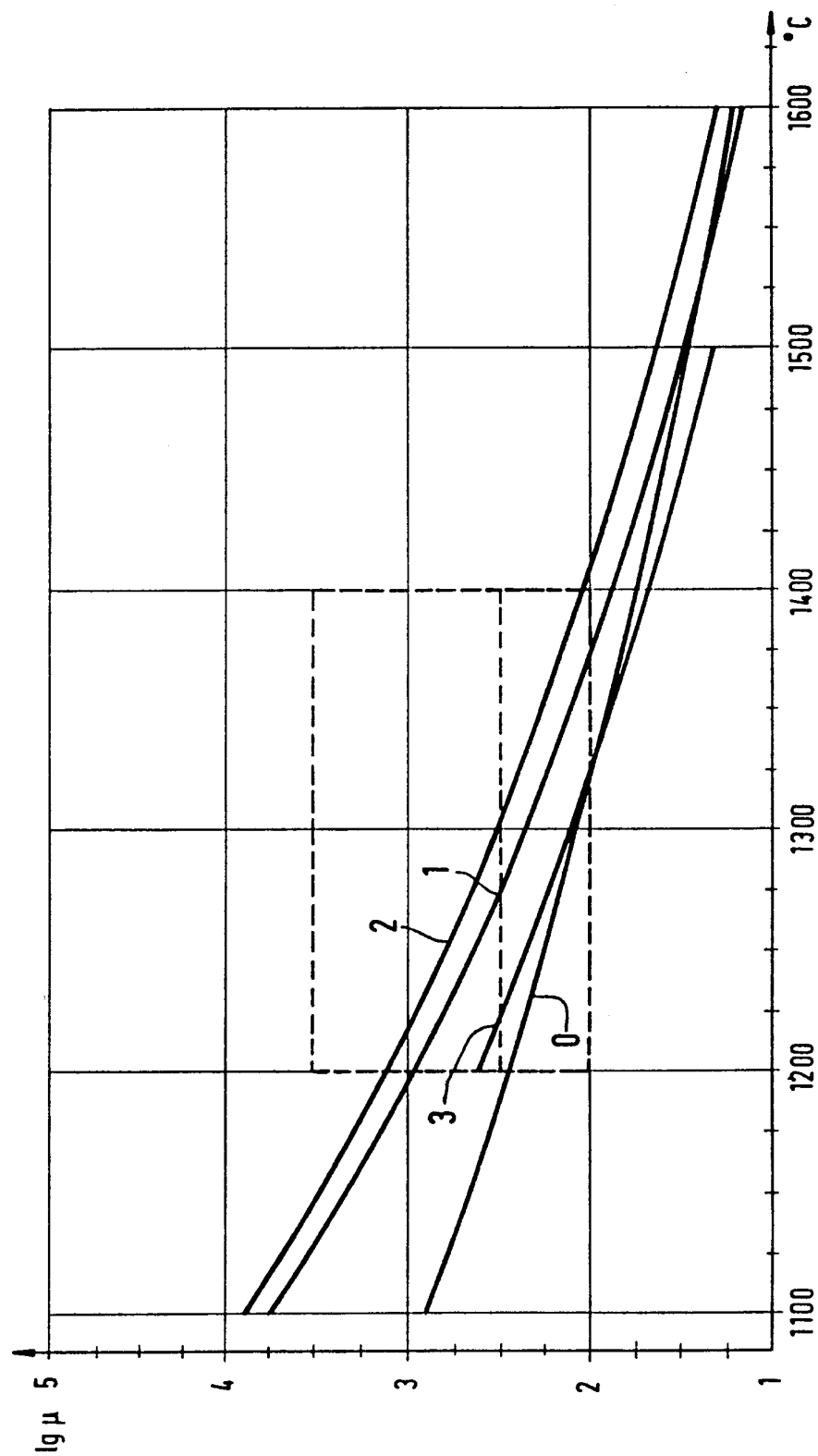
Za
ISOVER SAINT-GOBAIN:
PATENTNA PISARNA
LJUBLJANA

23131-IX-93/LŽ

Izvleček

Postopek za izdelovanje mineralne volne iz materiala, ki je dobro tekoč celo pri povišani liquidus temperaturi, predvsem nad 1200 °C, z viskoznostjo pod 500 Pa.s pri liquidus temperaturi, po katerem se raztaljeni mineralni material, potem ko se je uničilo vsa kristalizacijska jedra, dovaja v spiner 1', katerega obodna stena 19 obsega množico ustij z majhnimi premeri, skozi katere se raztaljeni mineralni material centrifugira, da tvori curke, ki so v danem primeru podvrženi dodatnemu tanjilnemu učinku prednostno vročega plinskega toka, ki teče vzdolž omenjene obodne stene 19 omenjenega spinnerja 1' in je tvorjen s koncentričnim obročastim zunanjim gorilnikom 13. Če je vlečenje v vlakna takšnega materiala izvedeno na običajen način, bo v izdelku velik delež delcev, ki se niso pretvorili v vlakna. Da se izogne temu, se spinnerjeva temperatura med trajajočim neprekinjenim delovanjem vzdržuje na uravnavani vrednosti, ki je nižja od ali enaka temperaturi, pri kateri je viskoznost raztaljenega mineralnega materiala 10 Pa.s, in višja od kristalizacijske temperature v podhlajenem stanju omenjenega materiala, ki ga je treba vleči v vlakno.

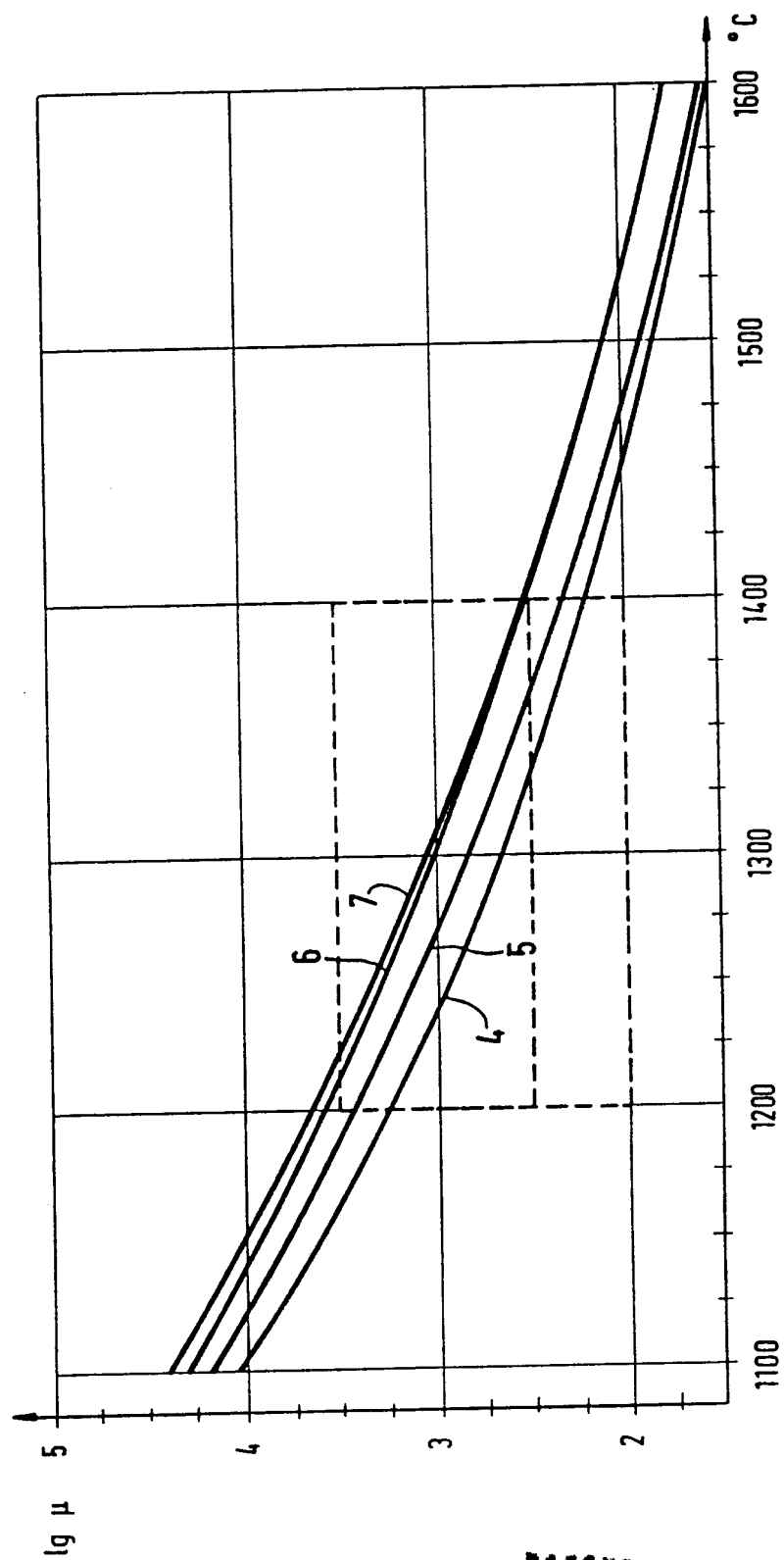
Fig.1



PATENTNA PISARNA
LJUBLJANA

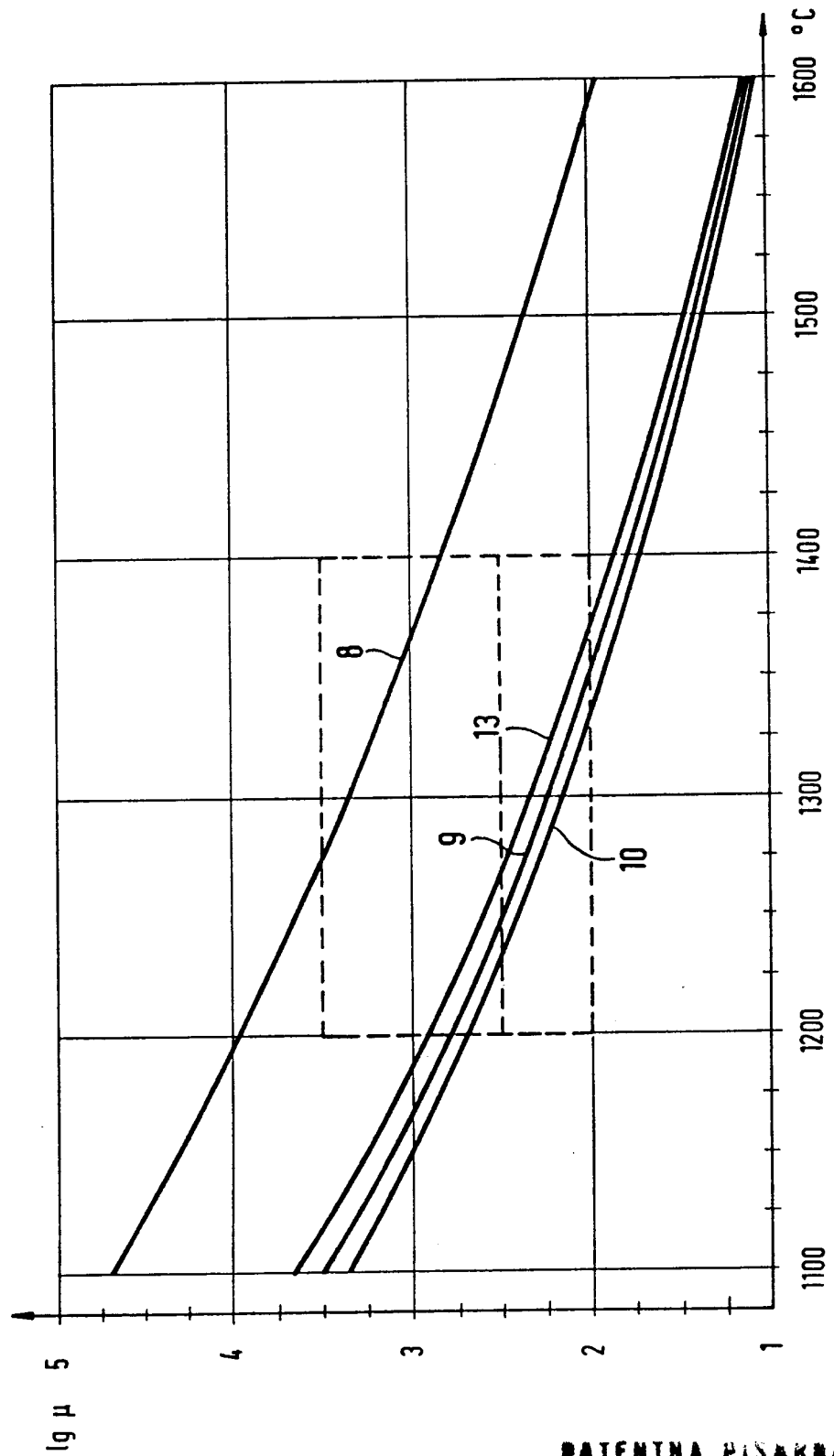
[Signature]

Fig. 2



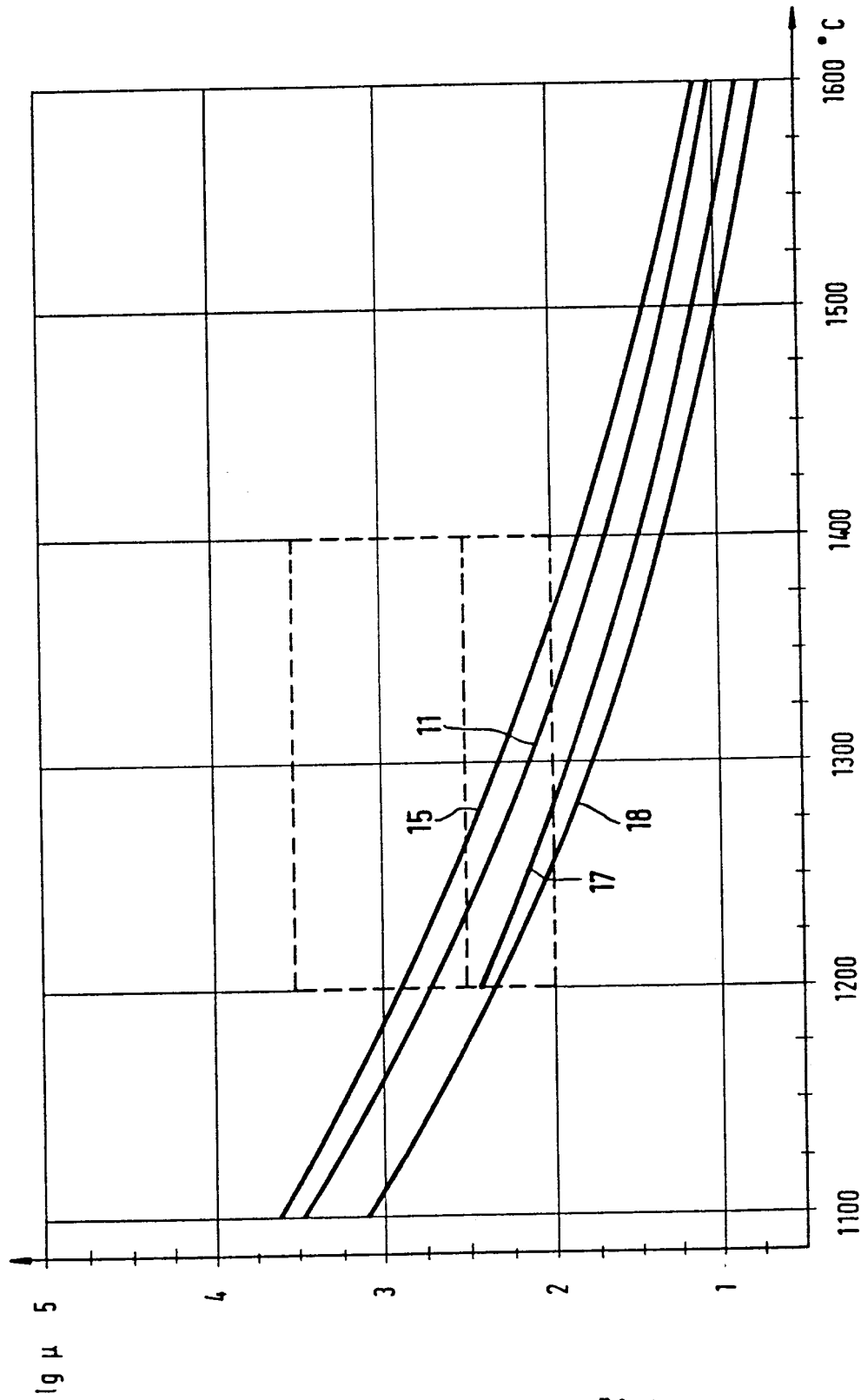
PATENTNA PISARNA
LJUBLJANA

Fig. 3



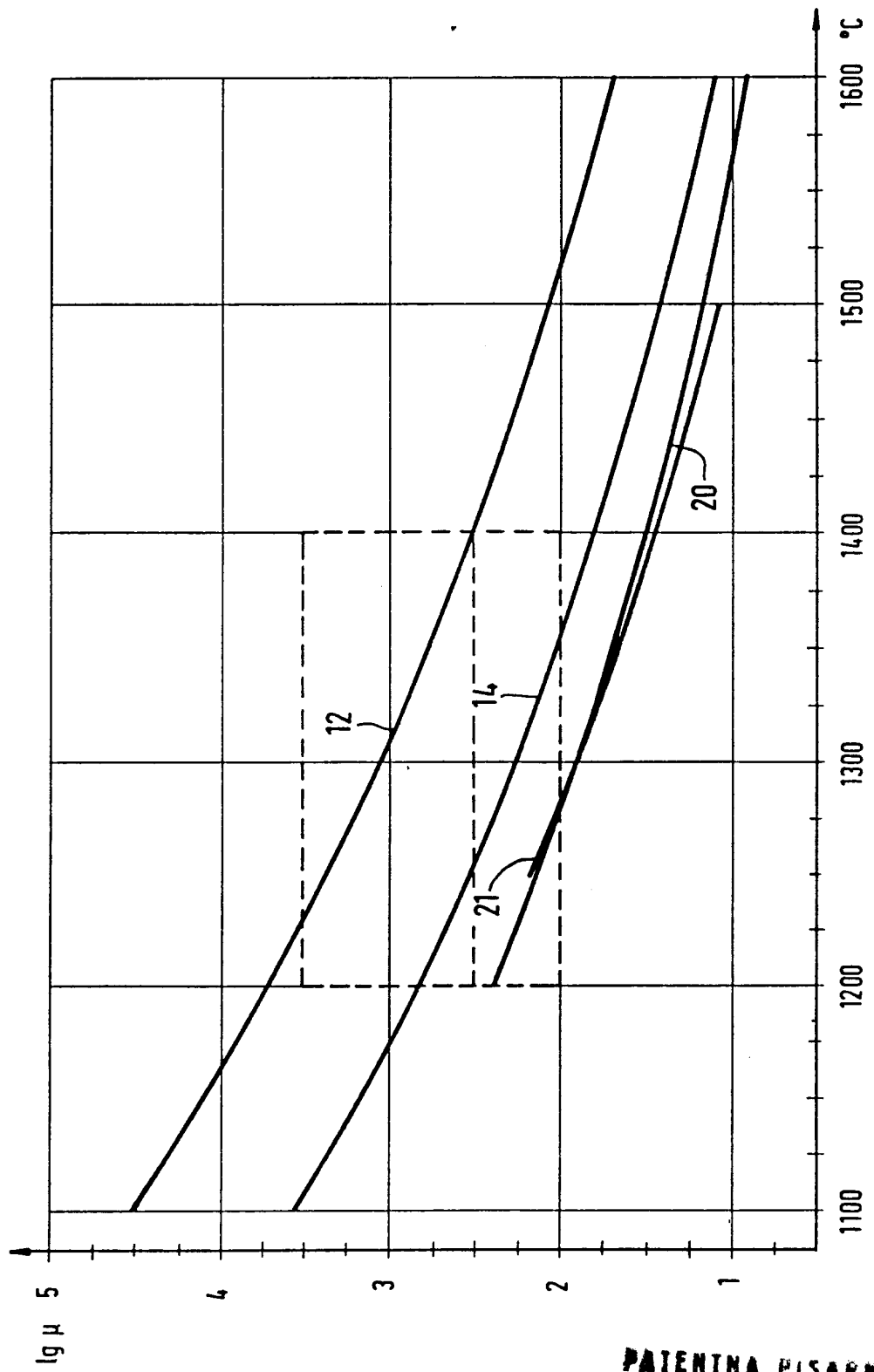
PATENTNA PISARNA
LJUBLJANA

Fig. 4



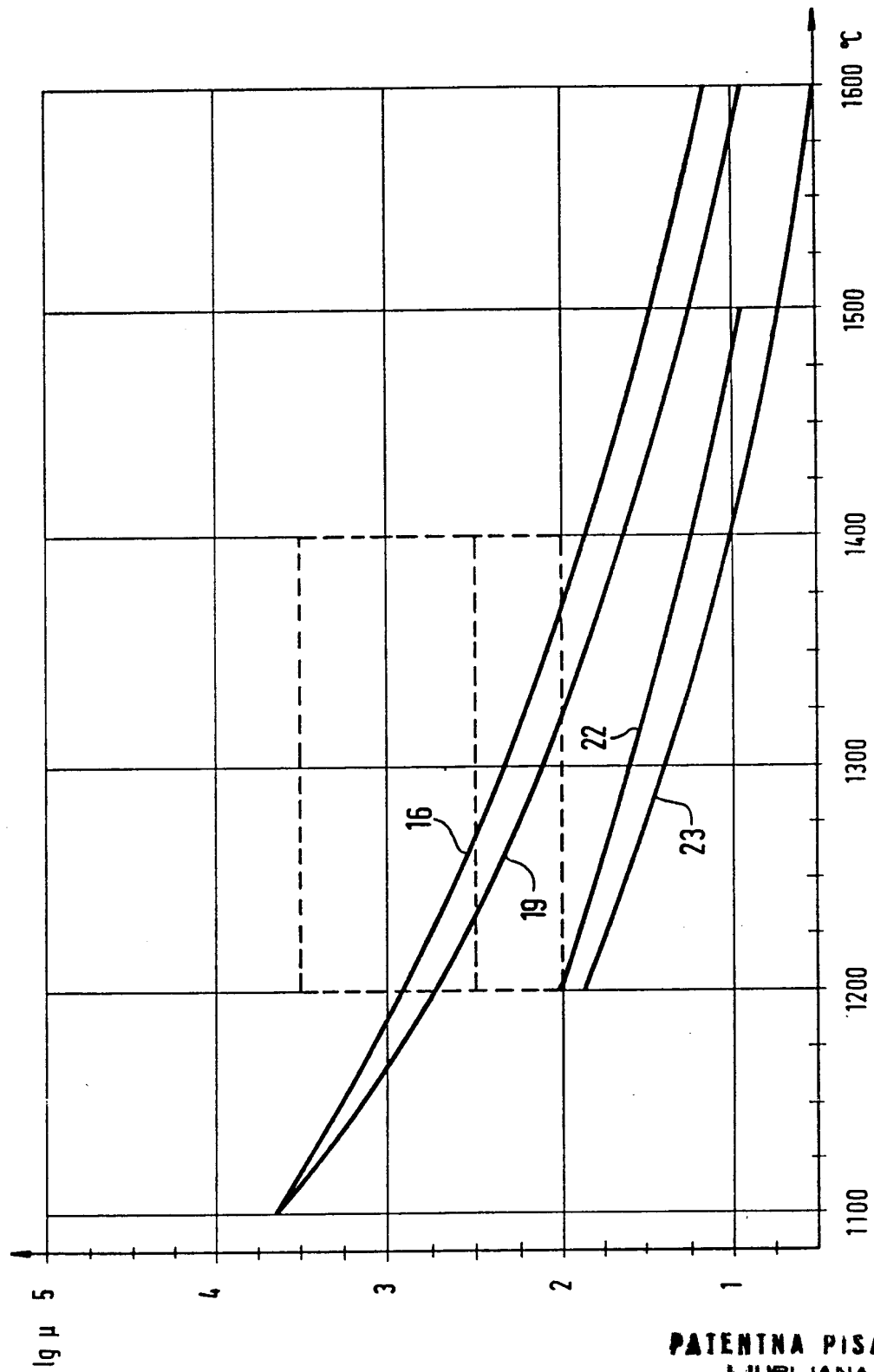
PATENTNA PISARNA
LJUBLJANA

Fig. 5



PATENTNA PISARNA
LJUBLJANA

Fig. 6



PATENTNA PISARNA
LJUBLJANA

A

Fig. 7

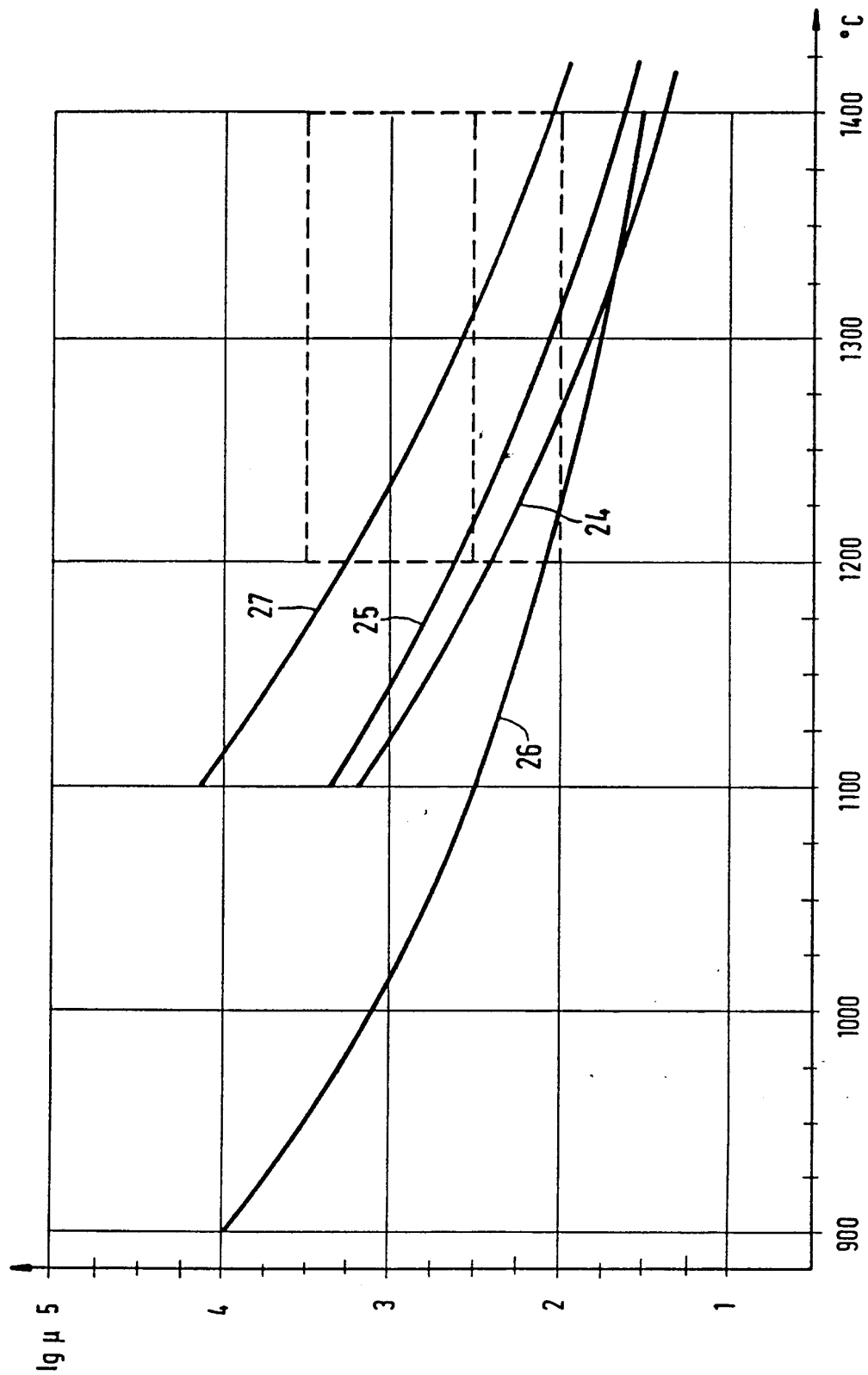


Fig. 8a

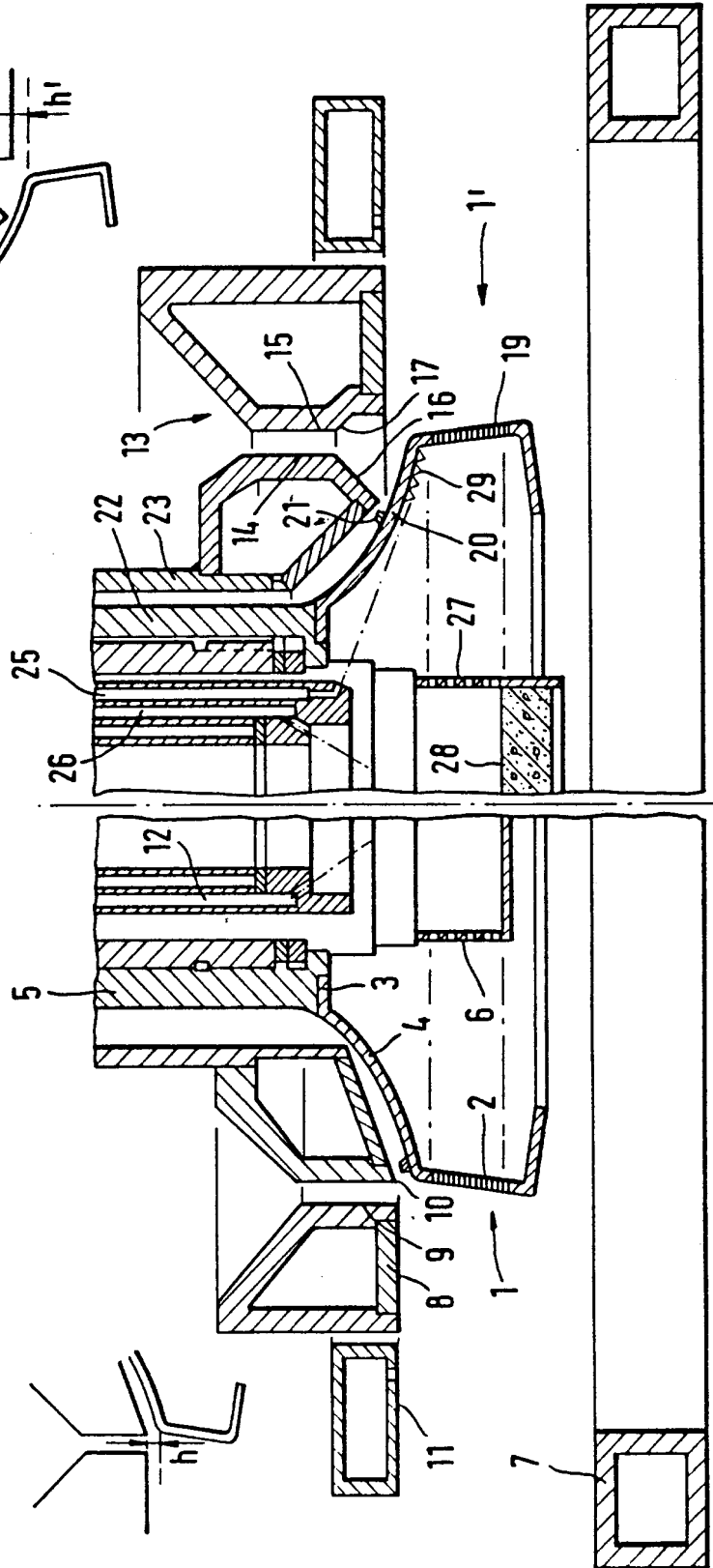
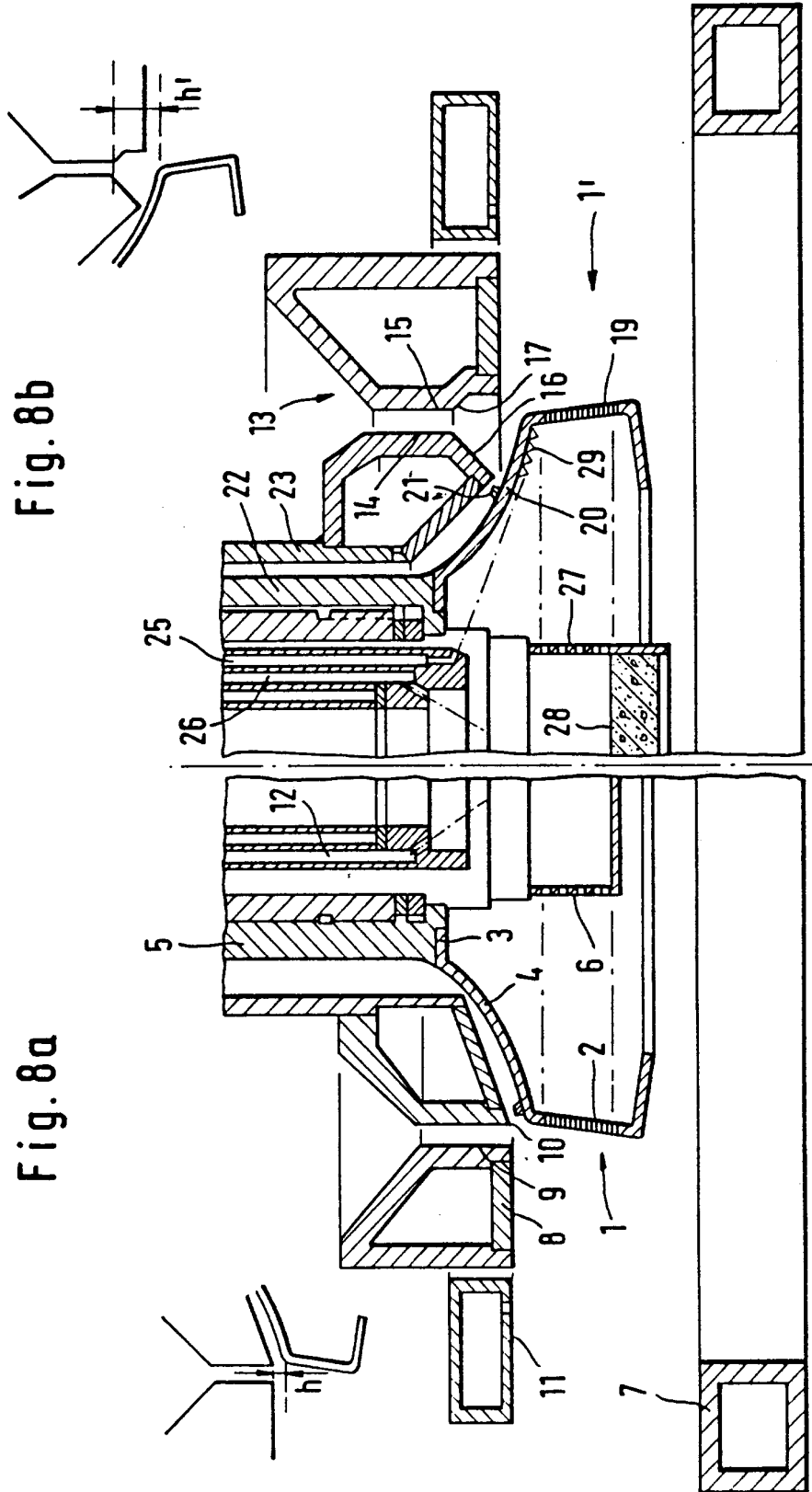
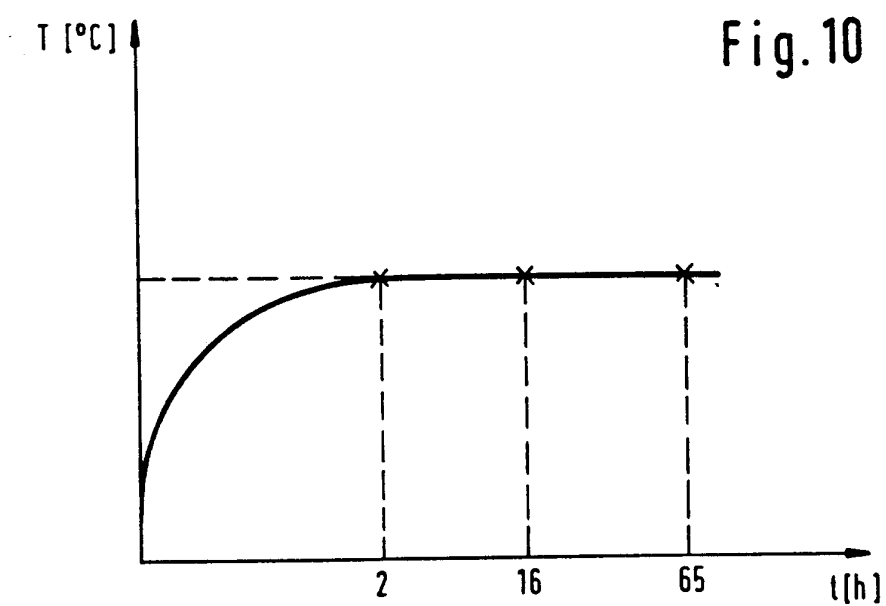
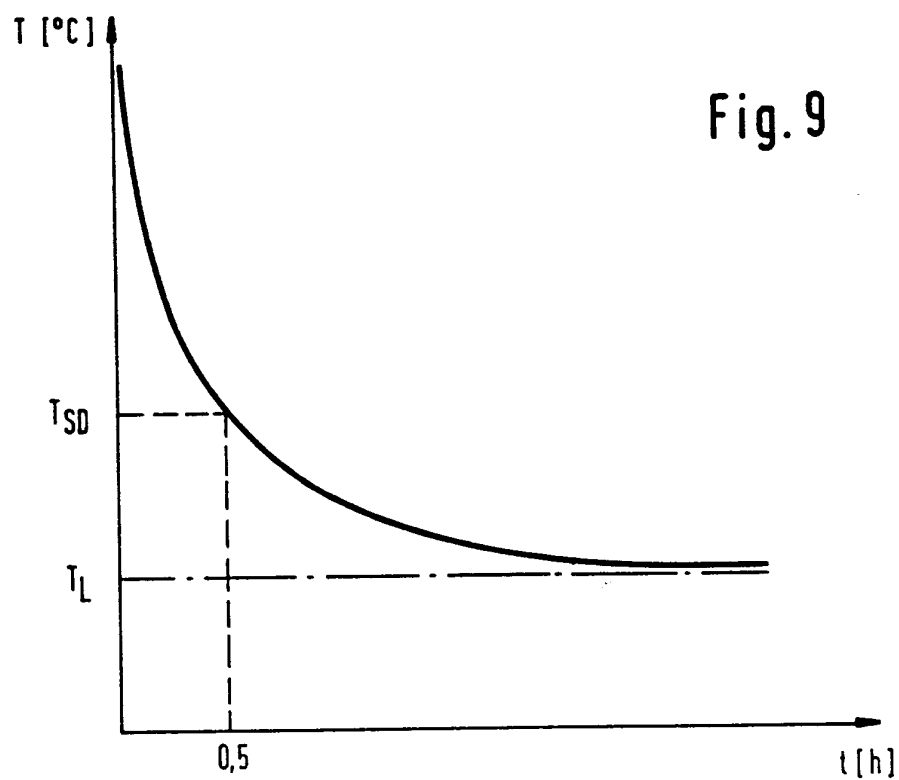


Fig. 8b

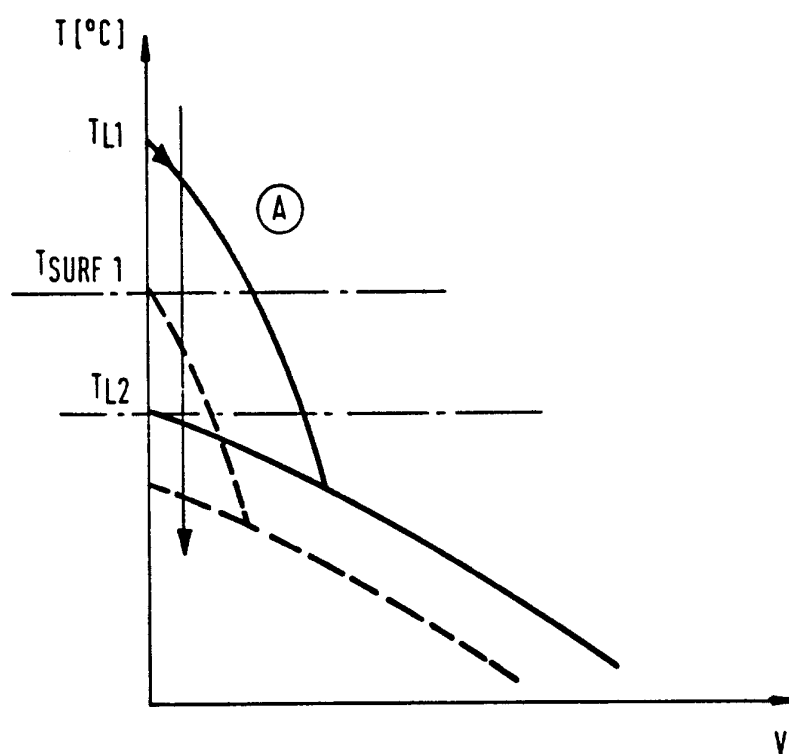




PATENTNA PISARNA
LJUBLJANA

As

Fig. 11



PATENTNA PISARNA
LJUBLJANA

Ac