



(12) **PATENT**

(19) NO

(11) **334802**

(13) **B1**

NORGE

(51) Int Cl.

G01N 33/38 (2006.01)

G01N 15/08 (2006.01)

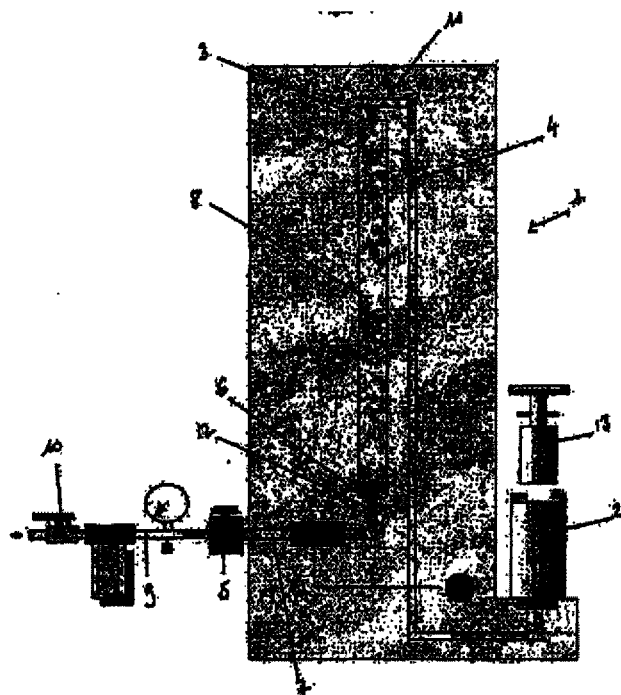
G01B 13/08 (2006.01)

Patentstyret

(21)	Søknadsnr	20045358	(86)	Int.inng.dag og søknadsnr	2003.05.07 PCT/FR2003/01419
(22)	Inng.dag	2004.12.07	(85)	Videreføringsdag	2004.12.07
(24)	Løpedag	2003.05.07	(30)	Prioritet	2002.05.22, FR, 02 06252
(41)	Alm.tilgj	2004.12.07			
(45)	Meddelt	2014.05.26			
(73)	Innehaver	Saint-Gobain Isover, Les Miroirs, 18, avenue d'Alsace, FR-92400 COURBEVOIE, Frankrike			
(72)	Oppfinner	Alex Seghers, 20, impasse Martin Luther King, FR-60600 FITZ JAMES, Frankrike			
		Gilles Boyer, 225, route du Souquet, FR-40260 LESPÉRON, Frankrike			
(74)	Fullmektig	Zacco Norway AS, Postboks 2003 Vik, 0125 OSLO, Norge			

(54)	Benevnelse	Apparatur og fremgangsmåte for bestemmelse av finhetsindeksen for mineralfibere, samt anvendelse av måleapparaturen			
(56)	Anførte publikasjoner	US 5359880 A EP 0373058 A1			
(57)	Sammendrag				

Det beskrives en apparatur (1) for å bestemme finhetsindeksen av mineralfibere, konstruert for å levere "mikronær"verdien for fibrene, der apparaturen (1) omfatter en innretning (8) for måling av finhetsindeksen der innretningen (8) er tilveiebragt på den ene side med en første munning (3) forbundet med en målecelle (2) som er konstruert for å holde en prøve bestående av et antall fibere, og på den annen side en andre munning (6) forbundet med en innretning (5) for måling av en trykkforskjell, på begge sider av prøven, idet innretningen (5) for måling av trykkforskjellen er ment for forbindelse med innretningen (10) for å produsere en fluidstrøm. Innretningen (8) for måling av finhetsindeksen karakteriseres ved at den inkluderer minst ett strømningsmeter for måling av volumstrømningshastigheten for fluidet som passerer gjennom cellen (2).



Foreliggende oppfinnelse angår en apparatur for å bestemme finhetsindeksen for mineralfibere der disse fibere særlig er ment for industriell fremstilling av glassull for anvendelse for eksempel for fremstilling av termiske eller akustiske isolasjonsprodukter. Oppfinnelsen angår også en fremgangsmåte for å måle finheten for mineralfibere og anvendelsen av denne apparatur for måling av finheten hos hyperfine fibere.

Mer presist er formålet å tillate bestemmelse av fibrenes "mikronær" (F).

Det er på dette tekniske området kjent å måle "mikronæren" for å karakterisere finhetsindeksen idet denne indeks tar hensyn til det spesifikke overflateareal og bestemmes ved å måle det aerodynamiske trykkfall når en gitt mengde fibere, uten bindemiddel, underkastes et gitt gasstrykk, generelt fra luft eller nitrogen.

Denne måling er vanlig ved produksjonsenheter for naturfiber (spesielt bomullsfiber) og er standardisert i henhold til DIN 53941, ASTM 1994, D 4604-86, D 4605-86 eller EN 29053 standarder og det benyttes en apparatur kalt en "mikronærapparatur" som beskrevet for eksempel i EP 0 373 058.

I tillegg skal det påpekes at massen av prøver generelt er i størrelsesorden 10 g og kan, i henhold til de vanligste anbefalinger som benyttes, være opp til 50 g når de benyttede fibere er bomullsfibere.

På basis av dette er det utviklet en mikronærapparatur som i dag finner utstrakt anvendelse og som, ved bruk av en innretning for måling av finhetsindeksen for mineralfibere, gradert i "mikronær"verdier gir pålitelige verdier for midlere fiberdiametre på mellom 3 og 9 μm og innen dette midlere diameterområdet. Den midlere diameter er beregnet fra histogrammet som måles i et mikroskop (x1000) på 200 fibere.

Produsenter må, i sine stadige forsøk på å forbedre den totale varmevekslingskoeffisient og/eller å redusere densiteten for produktet med samme termiske kapasitet, i stadig økende grad fremstille fibere (kalt hyperfine fibere i den gjenværende del av beskrivelsen) hvis midlere diameter konstant reduseres og tenderer til å ligge i området 2 til 3 μm eller sågar lavere.

Imidlertid er "mikronær"målingene som beskrevet ovenfor, ikke mulige i disse hyperfine fiberfremstillingsområder.

Videre trenger imidlertid en slik fremstilling av hyperfine fibere et måleinstrument for å overvåke, særlig i sann tid, fremstillingsprosessen for hurtig å kunne gripe inn i prosessen hvis det skulle være en feil.

- 5 For hensiktsmessighetens skyld er, ved foreliggende oppfinnelse, den antagelse lagt til grunn at man bibeholder prinsippet ved den konvensjonelle mikronærapparat idet denne har vist seg effektiv når det gjelder mineralfibere hvis diametre er større enn 3 μm og hvis fordeler erkjennes av fagfolk på området (enkel implementering, stor enkelhet, pålitelighet, implementeringshastighet, økonomi og så videre).

10

Basert på denne observasjon og med kjennskap til den manglende evne for denne mikronærapparat til å gi målinger for hyperfine fibere er formålet med foreliggende oppfinnelse å tilveiebringe en mikronærapparat som er konstruert for å gi mikronærverdier for hyperfine fibere hvis midlere diameter er mindre enn 3 μm .

15

- Det er kjent en apparatur for å bestemme finhetsindeksen for fibere som er konstruert for å gi mikronærverdien for mineralfibere hvis midlere diameter er vesentlig større enn 3 μm , omfattende en innretning for å måle finhetsindeksen idet innretningen for å måle finhetsindeksen er tilveiebragt på den ene side med minst en første munning forbundet
20 med en målecelle konstruert for å holde en prøve inneholdende et antall fibere, og på den annen side, en andre munning forbundet med en innretning for å måle et differensialtrykk, på begge sider av nevnte prøve, idet innretningen for måling av differensialtrykket er tilveiebragt for forbindelse til en innretning som gir en fluidstrøm.

- 25 US 5,359,880 beskriver en mikronær testapparat for måling av fiberprøver. Apparatet omfatter et kammer med en flyttbar vegg for regulering av volumet, som er tilpasset for mottak av fiberprøver. Kammeret veies for registrering av vekten til prøven, deretter blir kammeret forseglet, prøven komprimert og luft sendt inn i kammeret for måling av luftstrømningshastigheten.

30

- Foreliggende oppfinnelse tilveiebringer følgelig en apparatur for bestemmelse av finhetsindeksen for mineralfibere, konstruert for å levere «mikronær»verdien for fibrene, med en midlere diameter som ligger under 3 μm , der apparaturen omfatter en innretning for måling av finhetsindeksen der innretningen er tilveiebragt på den ene side med en
35 første munning forbundet med en målecelle som er konstruert for å holde en prøve bestående av et antall fibere, og på den annen side en andre munning forbundet med en innretning for måling av en trykkforskjell, på hver side av prøven, idet nevnte verdi av

differensialtrykket mellom oppstrømsenden og nedstrømsenden på prøven justeres etter at cellen er lukket, idet innretningen for måling av trykkforskjellen er ment for forbindelse med innretningen for å produsere en fluidstrøm, kjennetegnet ved at innretningen for å måle finhetsindeksen inkluderer minst en strømningsmåler for måling av volumstrømningshastigheten for fluidet som passerer gjennom cellen.

Ved hjelp av disse arrangementer blir en mikronærverdi for hyperfine fibre hyppig oppnådd ved bruk av en konvensjonell apparatur for å bestemme finhetsindeksen uten å måtte modifisere dens kalibrering og dens driftsbetingelser (mengde fibre som innføres i cellen, verdi for differensialtrykket og så videre).

I en foretrukken utførelsesform av oppfinnelsen kan ett eller begge av de følgende trekk også eventuelt innarbeides:

- volumstrømningsmåleren består av en volumstrømningsmåler som er gradert i l/min;
- en av munningene inkluderer en kalibrert del.

I henhold til et ytterligere aspekt ved oppfinnelsen angår den også en fremgangsmåte for å måle finheten av fibre ved bruk av en apparatur for å bestemme finheten av mineralfibre som omtalt ovenfor, og som karakteriseres ved at:

- målecellen fylles med en prøve av fibre med en midlere diameter under 3 μm , der prøvemassen bestemmes på en slik måte at prøven opptar hele volumet av målecellen slik at det ikke oppstår noen preferensielle strømningsveier for gass i prøven;
- verdien av trykkforskjellen mellom oppstrømsenden og nedstrømsenden av prøven justeres etter at cellen er lukket ved bruk av et lokk;
- måleapparaturen forbindes med en innretning for å produsere en strøm av fluid; og
- målingen gjennomføres ved bruk av volumstrømningsmåleren.

I en foretrukket implementeringsmodus ifølge oppfinnelsen kan i tillegg en eller begge av de følgende trekk være omfattet:

- hele volumet av målecellen er fylt med en prøve av fibre hvis masse er lik minst 5 g, fortrinnsvis mellom 5 og 10 g og aller helst lik 5 g;
- og det legges på en trykkforskjell hvis verdi ligger rundt 254 mmHg.

I henhold til et ytterligere trekk ved oppfinnelsen angår den også anvendelsen av måle-apparaturen som er beskrevet ovenfor for måling av finhetsindeksen for fine isolasjons-fibere (midlere diameter mindre enn 3 μm), særlig glassull, særlig de som oppnås ved
 5 en indre sentrifugeringsprosess.

Andre trekk og fordeler ved oppfinnelsen vil fremgå av den følgende beskrivelse av en av utførelsesformer, gitt som eksempel, og under henvisning til de vedlagte figurer der:

- 10 - Figur 1 skjematisk viser en "mikronær"apparaturl ifølge oppfinnelsen; og
- Figur 2 viser verdien av den termiske konduktivitetskoeffisient for forskjellige fiberdensiteter som funksjon av mikronærverdien uttrykt i l/min.

I figurene angir de samme henvisningstall like eller tilsvarende elementer.

15

Figur 1 viser en mikronærapparaturl ifølge oppfinnelsen. Denne apparatur 1 inkluderer en målecelle 2 som fortrinnsvis er sylindrisk. Denne celle 2 er ment for å holde en fiberprøve på hvilken det er ønskelig å måle finheten.

20 Apparaturen inkluderer også en innretning 8 for måling av finhetsindeksen.

Innretningen 8 for måling av finhetsindeksen har minst en første munning 3 forbundet med en første ledning 4 til målecellen 2 som er konstruert for å holde prøven som dannes av et antall fibere.

25

Den samme innretning 8 for måling av finhetsindeksen har også en andre munning 6 forbundet med en andre ledning 7 til en innretning 5 for måling av et differensialtrykk på begge sider av prøven. Denne innretning 5 for måling av differensialtrykket er for eksempel tildannet av en trykkregulator hvis verdi er innstilt, og holdt omtrent konstant,
 30 på 254 mm Hg.

I en konvensjonell "mikronær"apparaturl (det vil si en som er konstruert for å bestemme "mikronær"verdiene for fibere hvis midlere diameter ligger innen området 3 til 9 μm) er innretningen 8 for måling av finhetsindeksen tildannet av et transparent, sylindrisk rør
 35 av sirkulært tverrsnitt og i hvilket det kan bevege seg en bevegelig indikator (av "ludion" typen) idet dette rør er gradert i "mikronær" verdi.

Innretningen 5 for måling av trykkforskjellen er forbundet via en tredje ledning 9 til en innretning 10 for å gi en konstant gasstrøm idet det er mulig at gassen konvensjonelt er luft eller nitrogen. Uansett gasstrømningskilde må installasjonen tillate at strømningshastigheten kan kontrolleres nøyaktig og at stabiliteten for gasstrømmen i den nedre del
5 av målecellen kan overvåkes.

Fluidstrømkilden må avgi fluidet i strømningshastigheter slik at de resulterende hastigheter er lave nok til at de målte verdier for motstanden for fluidstrømmen er uavhengig av hastigheten.

10

Som et eksempel må kilden for gasstrømmen være i stand til å gi fluidstrømningshastigheter helst ned til $0,5 \times 10^{-3}$ m/s.

Som en variant inkluderer "mikronær"apparaturen som vist i figur 1 en kalibrert dyse
15 ved munningen 6. Denne kalibrerte del og særlig diameteren for munningen på dysen bestemmes når man kalibrerer "mikronær"apparaturen under standard temperatur- og trykkbetingelser ($T = 20$ °C; $P = 101\,325$ Pa).

Prinsippet for finhetsindeks- (eller mikronærverdi)målingen er basert på målingen av
20 permeabiliteten hos et porøst, homogent og isotropt medium der et gassformig fluid strømmer under laminære strømningsbetingelser gjennom det porøse medium (i dette tilfellet en prøve av fibre hvis midlere diameter det er ønskelig å bestemme).

Prinsippet ved målingen styres av Darcys lov:

25

$$v = \frac{Q}{S} = \frac{K}{\mu} \times \frac{\Delta P}{e} \quad (1)$$

der:

- v = fluidhastigheten (i m/s);
- 30 Q = strømningshastigheten for fluidet i m³/s;
- S = strømningsarealet i prøven gjennom hvilken fluidet strømmer perpendikulært, i m²;
- ΔP = trykkforskjellen over prøven i N/m²;
- e = prøvens tykkelse (i m);
- 35 μ = fluidets dynamiske viskositet (i N/m.s); og
- K = permeabiliteten (i m²)

Studier som er utført av Kozeny og Carman har vist at koeffisienten K kan uttrykkes på følgende måte:

$$K = \frac{1}{j} \times \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2} \times \frac{1}{(Sv)^2} \quad (2)$$

der:

K = permeabiliteten;

j = en strukturfaktor;

ϵ = mediets porøsitet lik $1 - \frac{m}{\rho \times S \times e}$;

Sv = det spesifikke overflateareal;

M = prøvens masse; og

ρ = prøvens densitet.

Ved å kombinere ligningene (1) og (2) og ved å holde parametrene (densitet, porøsitet, strukturfaktor, mengde innført prøve) konstante, varierer strømningshastigheten Q omvendt proporsjonalt med kvadratroten av det spesifikke overflateareal i henhold til følgende ligning:

$$Q = \frac{1}{(Sv)^2}$$

Arbeidsmetoden for "mikronær"apparaturen ifølge oppfinnelsen er som følger:

Ved bruk av en apparatur for å bestemme finheten for fibere ifølge kjent teknikk (det vil si en som er konstruert for å gi "mikronærverdier" for fibere hvis midlere diameter i det vesentlige ligger innen området 3 til 9 μm), og etter å ha kalibrert apparaturen med henblikk på en referanseapparatur ved bruk av en prøve av referansefibere, for derved å oppnå en kurve som vist i figur 2, blir målecellen 2 fylt med minst 5 g hvis fibere hvis finhet det er ønskelig å bestemme (disse fibere kalles jomfrufibere, det vil si at de ikke inneholder noe bindemiddel).

Det skal påpekes at mengden fibre som innføres i målecellen er en nøkkelverdi. Det er bemerket at med en fibermengde mindre enn 5 g (for eksempel 3 g), særlig når disse fibre er hyperfine fibre, opptar disse ikke helt og holdent volumet i målecellen og det skapes preferensielle strømningsområder i cellen som påvirker målingen. Således er det observert at resultatene av målingen ikke er reproducerbare (resultater er mer enn 50 % variasjon).

I praksis er tester gjennomført på forsøksbasis på forskjellig mengder fibre og det ble bestemt at den optimale mengde for å oppnå tilfredsstillende reproduserbarhet for målingene består i å benytte minst 5 g fibre.

Målecellen 2 fylles med 5 g jomfrufibre der fibermassen måles ved bruk av en presisjonsapparat (fibermassen ligger således innen $5,0 \pm 0,01$ g), idet denne fibermasse er hentet ut ved bruk av et verktøy umiddelbart etter fibreringsverktøyet, men før bindemiddel avsettes.

Målecellen 2 er et sylindrisk kammer hvis karakteristiske dimensjoner er som følger: Innvendig diameter = 25,4 mm; høyde = 25,4 mm; idet cellens åpning lukkes med et lokk 13.

Det neste trinn består i å regulere det statiske differensialtrykk mellom oppstrømsenden og nedstrømsenden av prøven av fibre; oppsettsmessig er denne trykkdifferanse satt til 254 mm Hg.

Apparaturen for å bestemme finheten ifølge oppfinnelsen er forbundet med en innretning for å produsere gasstrømmen og målingen tas ved bruk av indikatoren på volumstrømningsmåleren.

Plottet i figur 2 er, for forskjellige fiberfremstillingsrunder, tilsvarende et område av tre familier av veldefinerte produkter idet hver av disse familier karakteriseres ved verdien av den termiske konduktivitetskoeffisient λ , forandringen i termisk konduktivitet for forskjellige mikronærverdier, oppnådd ved apparaturen som er gjenstand for oppfinnelsen.

Således defineres de følgende:

- fibre for lettviklede produkter (eller IBR) med en densitet M_v mellom 10 og 11 kg/m^3 ;

- fibere for tettrullede produkter eller for lettvektspaneler eller skillevegger med en densitet mellom 15 og 16 kg/m³; og til slutt,
- fibere for tette plater med en densitet mellom 22 og 23 kg/m³.

5 Som indikasjon kan det påpekes at det er en overensstemmelse mellom mikronærverdiene som oppnås på denne måte og den midlere diameter for fibrene i prøven. Generelt tilsvarende en mikronærverdi på rundt 12 l/min en midlere diameter på 2,5 til 3 µm, en verdi på 13,5 l/min omtrent en midlere diameter på 3 til 3,5 µm og til slutt tilsvarende 18 l/min rundt 4 til 5 µm. Man vil huske at for disse tre produktområder kan mikronærverdien (oppnådd ved en konvensjonell apparatur) ikke oppnås for en midlere diameter på 10 2,5 til 3 µm, den er lik omtrent 2,7 for en midlere diameter på 3 til 3,5 µm og er til slutt lik 3 for en verdi på 4 til 5 µm.

Selvfølgelig er det, avhengig av området av fibere hvis midlere diameter det er ønskelig 15 å karakterisere, mulig å tilpasse innretningen for måling av finheten (området for volumstrømningsmåleren) for å oppnå den samme måleenhet (l/min) for alle ønskede produksjonskjør.

Således er det, sågar for finere fibere (midlere diameter i størrelsesorden rundt 1 µm 20 eller også mindre) mulig, med apparaturen som er gjenstand for oppfinnelsen, å oppnå en reproducerbar og pålitelig verdi, nemlig i størrelsesorden 1 l/min.

P a t e n t k r a v

1.

5 Apparatur (1) for bestemmelse av finhetsindeksen for mineralfibere, konstruert for å
levere "mikronær"verdien for fibrene, med en midlere diameter som ligger under $3\mu\text{m}$,
der apparaturen (1) omfatter en innretning (8) for måling av finhetsindeksen der innret-
ningen (8) er tilveiebragt på den ene side med en første munning (3) forbundet med en
målecelle (2) som er konstruert for å holde en prøve bestående av et antall fibere, og på
10 den annen side en andre munning (6) forbundet med en innretning (5) for måling av en
trykkforskjell, på hver side av prøven, idet nevnte verdi av differensialtrykket mellom
oppstrømsenden og nedstrømsenden av prøven justeres etter at cellen er lukket, idet
innretningen (5) for måling av trykkforskjellen er ment for forbindelse med innret-
ningen (10) for å produsere en fluidstrøm, k a r a k t e r i s e r t
15 v e d at innretningen (8) for å måle finhetsindeksen inkluderer minst en strøm-
ningsmåler for måling av volumstrømningshastigheten for fluidet som passerer gjennom
cellen (2).

2.

20 Apparatur ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at volum-
strømningsmeteret er gradert i l/min.

3.

Apparatur ifølge krav 1 eller 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at
25 munningen (6) inkluderer en kalibrert del (12).

4.

Apparatur ifølge et hvilket som helst av kravene 1 til 3, k a r a k t e r i -
s e r t v e d at innretningen (8) for måling av finhetsindeksen er tilpasset i
30 henhold til området av fibere hvis midlere diameter det er ønskelig å karakterisere.

5.

Fremgangsmåte for måling av finheten for mineralfibere ved bruk av en apparatur ifølge
et av kravene 1 til 4, k a r a k t e r i s e r t v e d at:

35

- målecellen (2) fylles med en prøve av fibere med en midlere diameter under $3\mu\text{m}$, der prøvemassen bestemmes på en slik måte at prøven opptar hele vo-

lomet av målecellen (2) slik at det ikke oppstår noen preferensielle strømningsveier for gass i prøven;

- verdien av trykkforskjellen mellom oppstrømsenden og nedstrømsenden av prøven justeres etter at cellen er lukket ved bruk av et lokk (13);
- 5 - måleapparaturen forbindes med en innretning for å produsere en fluidstrøm (10); og
- målingen gjennomføres ved bruk av volumstrømningsmåleren.

6.

- 10 Fremgangsmåte ifølge krav 5, k a r a k t e r i s e r t v e d at hele volumet av målecellen (2) er fylt med fiberprøver hvis masse er lik 5 g, fortrinnsvis mellom 5 og 10 g og aller helst lik 5 mg.

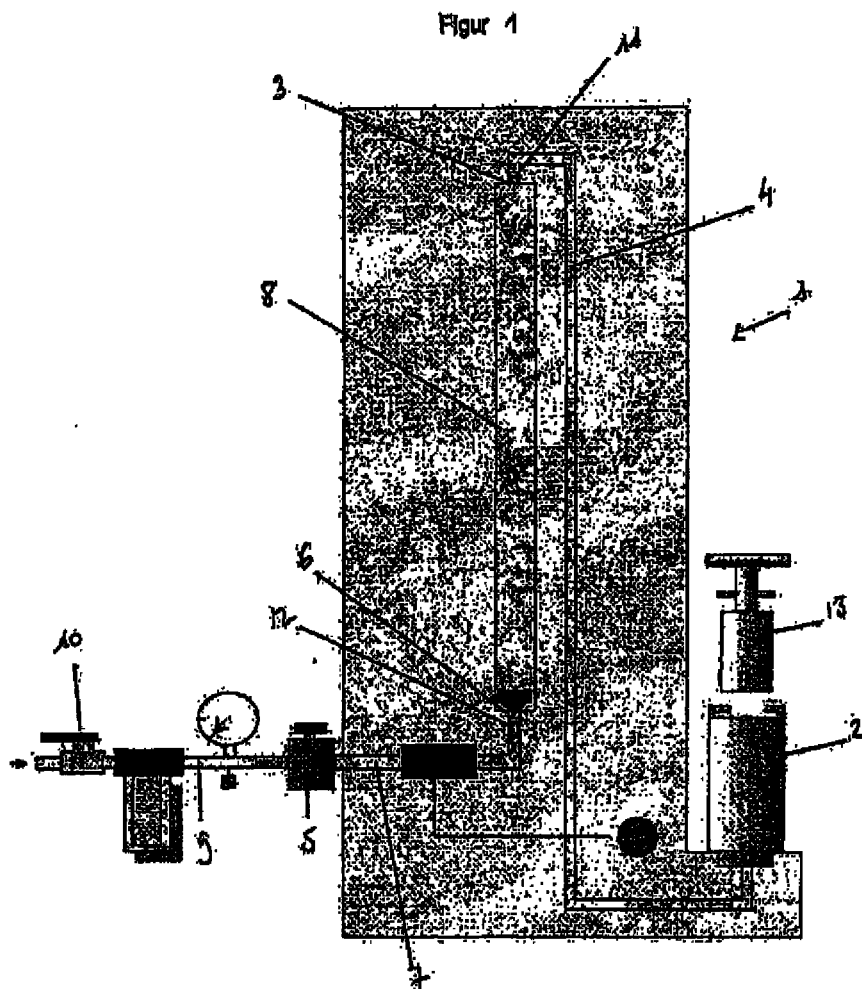
7.

- 15 Fremgangsmåte ifølge krav 5 eller 6, k a r a k t e r i s e r t v e d at det legges på et differensialtrykk hvis verdi er rundt 254 mmHg.

8.

- 20 Anvendelse av måleapparaturen ifølge et hvilket som helst av kravene 1 til 4 og/eller fremgangsmåten ifølge kravene 5 til 7, for måling av finhetsindeksen for fine isolasjonsfibere og særlig glassull, spesielt de som oppnås ved en indre sentrifugeringsprosess.

1/2



2/2

Figur 2

