

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

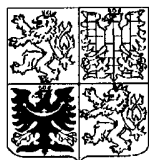
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

1366-97

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **08. 11. 95**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **08.11.94,**
23.11.94, 23.11.94, 13.01.95

(31) Číslo prioritní přihlášky: **94/9422468, 94/9424126,**
94/9424127, 95/9500667

(33) Země priority: **GB, GB, GB, GB**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **14. 10. 98**
(Věstník č. 10/98)

(86) PCT číslo: **PCT/EP95/04394**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 96/14274**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

C 03 C 13/00

(71) Přihlášovatel:

ROCKWOOL INTERNATIONAL A/S,
Hedehusene, DK;

(72) Původce:

Jensen Soren Lund, Kobenhavn, DK;
Christensen Vermund Rust, Roskilde, DK;
Guldberg Marianne, Soborg, DK;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jívanská 1273,
Praha 4, 14021;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Umělá skelná vlákna

(57) Anotace:

Umělá skelná vlákna z definovaných směsí minerálních materiálů, která vykazují zvýšenou rozpustnost při pH 4.5 a lze je tedy použít jako biologicky degradovatelné materiály, obsahují v % hmotn. 32 až 48 % oxidu křemičitého SiO₂, 10 až 30 % oxidu hlinitého Al₂O₃, 10 až 28 % oxidu vápenatého CaO, 2 až 20 % oxidu hořečnatého MgO, 2 až 15 % oxidu železnatého FeO, a dále mohou obsahovat až 12 % oxidů alkalických kovů Na₂O a K₂O, až 4 % oxidu titaničitého TiO₂ a až 8 % dalších prvků.

CZ 1366-97 A3

Umělá skelná vlákna

Oblast techniky

Vynález se týká umělých skelných vláken (MMVF), která jsou odolná a při použití mohou být biologicky výhodná

Dosavadní stav techniky

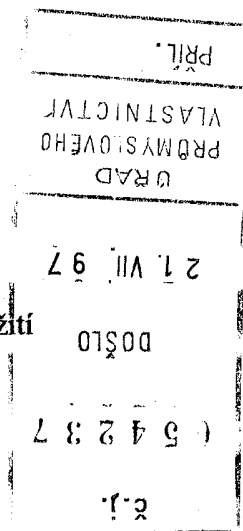
Umělá skelná vlákna jsou vyráběna ze sklené taveniny, vzniklé ze horniny, škváry, skla nebo jiných minerálů. Tavenina vzniká tavením kompozice požadovaného složení v peci. Tato kompozice obecně vzniká smícháním hornin nebo minerálů za vzniku požadovaného složení. Kompozice minerálů jsou často založeny na oxidech, což zahrnuje nejméně 32% SiO_2 , méně než 30 % Al_2O_3 a nejméně 10 % CaO . Elementární složení ve výše uvedené specifikaci je v hmotnostních procentech a prvky jsou přepočteny na oxidy. Oxidy železa mohou být směsí FeO a Fe_2O_3 , zde jsou citovány jako FeO .

Účinná a cenově efektivní příprava taveniny v peci a také vláken z taveniny vyžaduje aby kapalná kompozice měla vhodnou teplotu a správnou viskozitu během vláknotvorného procesu. Tyto požadavky přinášejí omezení při výběru kompozice určené k tavení.

Ačkoliv neexistují žádné vědecké důkazy potvrzující zdravotní rizika spojená s výrobou a použitím umělých skelných vláken, komerční zájmy vedly výrobce k zavedení umělých skelných vláken, které si zachovávají požadované fyzikální vlastnosti umělých skelných vláken (např. odolnost při zvýšených teplotách a ve vlhku) a zároveň o nich lze tvrdit že vykazují zlepšenou biologickou bezpečnost.

Tvrzení o zlepšené bezpečnosti je obvykle založeno na *in vitro* testech, které zkouší rychlost rozpouštění nebo degradovatelnost vláken v kapalinách, které mají simulovat plicní kapalinu, jako třeba Gableův roztok s pH 7.4 až 7.8. Následkem zvýšené rychlosti rozpouštění při pH 7.5 je fakt, že vlákna budou mít sníženou resistenci vůči vlhkosti.

Byly publikovány četné patentové přihlášky popisující vlákna se zvýšenou rychlostí rozpouštění v takovýchto *in vitro* testech, jako např. WO87/05007, WO89/12032, EP 412878, EP459897, WO92/09536, WO93/22251 a WO94/14717.



Charakteristickým rysem mnoha těchto patentových přihlášek a vláken, o nichž se tvrdí, že mají zvýšenou rychlost rozpouštění v *in vitro* testech, je snížený obsah hliníku.

Například, ve WO87/05007 se tvrdí, že obsah Al_2O_3 musí být nižší než 10 %. Obsah hliníku v horninové nebo struskové vlně je obvykle v rozmezí 5 až 15 % (měřeno jako Al_2O_3 hmotnostně) a mnoho z těchto údajně biologicky vhodných vláken má obsah hliníku nižší než 4% a často nižší než 2 %. Je známo, že byl zaveden fosfor do těchto kompozic s nízkým obsahem Al_2O_3 aby byla zvýšena rychlost rozpouštění při rozpouštěcích testech prováděných při pH 7.5.

Problémem mnoha těchto vláken s nízkým obsahem Al_2O_3 (kromě nejistoty, zda skutečně vykazují zvýšenou biologickou bezpečnost) je to, že vlastnosti taveniny nejsou pro výrobce zcela vyhovující pokud jde o jednoduše adaptované tavení a vláknotvorný přístroj. Například, viskozita taveniny při vhodné vláknotvorné teplotě může být poněkud nízká. Dalším problémem je, že vysoká rychlost rozpouštění při pH 7.5 může vyústit ve sníženou odolnost za vlhkých podmínek, které mohou nastat po instalaci.

Kromě *in vitro* testů byl proveden také výzkum týkající se *in vivo* testů. Například, Oberdörster v VDI Berichte 853, 1991, strana 17 až 37 ukázal, že při vyčištění vláken z plic se uplatňují dva základní mechanismy, a to rozpouštění v téměř neutrální plicní kapalině a rozpouštění v kyselém prostředí (udržovaném na pH 4.5 až 5), vytvořeném makrofágy obklopujícími vlákna v plicích. Věří se, že makrofágy podporují odstranění vláken z plic urychlením lokálního rozpouštění v místech, kde jsou vlákna obklopena makrofágy, což vede ke slábnutí a lámání vláken a tím i ke zmenšení průměrné délky vlákna. Tím je umožněno makrofágům pohltit a transportovat kratší vlákna z plic. Tento mechanismus je ilustrován v článku Morimoto et al. v Occup. Environ. Med, 1994, 51, 62-67 a zvláště v Obrázcích 3 a 7 a článcích Luoto et al. v Environmental Research 66 (1994) 198-207 a Staub-Reinhaltung der Luft 52 (1992) 419-423.

Tradiční skleněná vlákna a mnoho MMV vláken, o kterých se tvrdí, že mají zvýšenou rozpustnost v plicní kapalině (při pH 7.5) mají horší rozpustnost při pH 4.5 než při pH 7.5 a tak by předpokládaný útok makrofágů nepřispíval významně ke zkracování a konečnému odstranění vláken z plic.

Existující MMV vlákna vyrobená z hornin, škváry a dalších relativně vysoce alkalických směsí zemin může mít vyšší rozpouštěcí rychlost při pH 4.5 než při pH 7.5, ale mají sklony k nižší viskozitě taveniny. Existující vlákna, která jsou vedena jako biologicky akceptovatelná,

nemají uspokojivou kombinaci rychlosti rozpouštění při pH 4.5 a vlastnostmi taveniny. Vlákna, o nichž se tvrdí, že jsou preferována na základě *in vitro* testů mají sklony k nízké viskozitě taveniny, je-li vyžadován jejich nízký obsah hliníku. Nízká viskozita taveniny nevyhnutelně snižuje výkonnost výroby ve srovnání s normální produkcí.

Bylo by vhodné, aby byla dostupná vlákna, která by se ukázala být biodegradovatelná v plicích, měla vlastnosti taveniny, jež by dovolila normální, vysokou výrobní výkonnost a která by mohla být vyrobena z levných surovin. Přednostně by měla dobrou resistenci vůči povětrnostním vlivům, jsou-li při použití vystavena vlhkým podmínkám okolí.

Podstata vynálezu

V předloženém vynálezu jsme použily taková vlákna, mající uspokojující biologickou rozpustnost, která mají rychlost rozpouštění měřenou při pH 4 až 5 nejméně 20 nm za den a která jsou vyrobena z kompozic majících viskozitu taveniny při 1400 °C 10 až 70 poise. Například, rychlost rozpouštění při pH 4.5 může být nejméně 30 nebo dokonce 50 nm za den nebo více.

Kombinace viskozity taveniny a rozpustnosti při pH 4.5 znamená, že můžeme použít taveninu, která je vhodná k přípravě vláken obvyklými technikami a může poskytnout vlákna, která jsou biologicky rozpustná při pH 4.5. Novinkou je formulace nebo výběr vláken podle této kombinace a mnoho takových vláken má nové složení.

V preferovaném aspektu vynálezu se určuje viskozita taveniny a rychlost rozpouštění vláken při pH v rozmezích 4-5 jedné nebo více kompozic. Vybere se kompozice mající viskozitu taveniny při 1400 °C 10 až 70 poise, která poskytuje vlákna, mající rychlost rozpouštění při pH 4.5 nejméně 20 nm za den a jejichž analýza, měřená jako hmotnost oxidů zahrnuje:

SiO ₂	32 až 48 %
Al ₂ O ₃	10 až 30 %
CaO	10 až 30 %
MgO	2 až 20 %
FeO	2 až 15 %
Na ₂ O + K ₂ O	0 až 12 %
TiO ₂	0 až 6 %
Další prvky	0 až 15 %

a z těchto kompozic se připraví vlákno.

V souladu s vynálezem je překvapivě možné, zajistit výrobu vláken, která mají dobrou rozpouštěcí rychlost při pH 4.5, čímž je usnadněno vyčištění vláken z plic pomocí makrofágů (tím je podpořena skutečná biodegradovatelnost), a to dokonce přesto, že vlákna mohou mít nízkou rychlost rozpouštění při pH 7.5. To dovoluje udržení dobré stability za vlhkých podmínek (bez ztráty biodegradovatelnosti). Vlákna mohou mít obzvláště výhodné charakteristiky taveniny jako např. teplotu zkapalnění, rychlost krystalizace a viskozita taveniny. Vlákna mohou být vyrobena s použitím levných surovin.

Další výhodou vláken podle tohoto vynálezu je fakt, že jsou-li vystaveny vlhkosti a kondenzované vodě, vzniklý roztok obsahující produkty rozpouštění má vyšší pH, ale vlákna mohou mít sníženou rozpustnost při zvýšeném pH a tak se rozpouštějí méně a mají vyšší odolnost.

Vynález široce zahrnuje všechny MMVF produkty vyrobené z kompozic, majících viskozitu taveniny při 1400 °C 10 až 70 poise a kde výroba, reklama nebo prodej zahrnuje měření nebo odkazy na měření rozpustnosti při pH 4.5 (např. při pH 4 až 5) a/nebo v prostředí makrofágů v plicích, bez ohledu na to, zda je rychlost rozpouštění měřena skutečně během výroby takového produktu. Vlákna přednostně vykazují analýzu uvedenou výše.

Vynález zahrnuje použití výše zmíněné kompozice k urychlení odstranění MMVF vláken z lidských plic. Vynález také zahrnuje použití výše popsanych vláken k zajištění schopnosti být vytěsněn z lidských plic.

Vynález zahrnuje MMVF produkty, včetně MMV vláken, vyrobených z kompozic, které byly vybrány k zajištění požadované rozpustnosti. Například, zahrnuje měření rozpustnosti při pH 4 až 5 a viskozity taveniny jedné nebo několika kompozic, a poté výběr kompozice částečně nebo zcela založený na pozorované viskozitě taveniny a hodnotách rozpustnosti při pH 4 až 5 a použití kompozic majících stejnou nebo téměř stejnou analýzu pro výrobu MMVF produktů. Jakékoliv odchylky v analýze musí být dostatečně malé, aby nezměnily významně rozpustnost při pH 4-5. Při provádění měření k výběru vláken, které mají být připraveny, může být rozpustnost určována při kterémkoliv pH (obvykle v rozmezí 4 až 5), což koresponduje s pH 4.5. Viskozita taveniny může být určena buď odhadem z dat nebo měřením (kalkulací) pro libovolnou teplotu (obvykle v rozmezí 1370-1450 °C), což dává hodnoty korespondující s hodnotami při 1400 °C.

Výběr kompozice nemusí být prováděn ve stejném místě nebo stejném čase, kdy je prováděna komerční výroba s použitím vybrané kompozice. Tak výrobce by mohl provést testy k

určení rozpustnosti nebo sponzorovat takové provedení testů, a použít informace z těchto testů jako součást základů pro výběr kompozice, která je užita pro komerční výrobu vláken.

Vynález zahrnuje produkty mající citované analýzy a jsou vyrobeny z kompozic vykazujících citované viskozity taveniny a které jsou označovány nebo prodávány jako produkty mající definovanou rychlost rozpouštění při pH 4-5. Vynález zahrnuje balení, obsahující MMV vlákna a nesoucí označení nebo vložený leták popř. prodávané s reklamou, popisující rozpustnost v rozmezí pH 4-5 v prostředí makrofágů nebo popisující testovací metody takovéto rozpustnosti.

Vynález zahrnuje nové MVVF produkty. Ty zahrnují zahradnická MVVF růstová média a vláknité výztuhy, kde jsou použita vlákna podle vynálezu.

Jedna skupina vláken, která jsou nová, jsou vlákna vykazující rozpustnost, viskozitu taveniny a složení podle popisu výše, s tou výjimkou, že obsah Al_2O_3 je nejméně 18 %. Další užitečná vlákna mají obsah Al_2O_3 vyšší než 16 %. Často je to více než 19 nebo 20 %, například až 26 nebo 28%. Ve vláknech majících obsah Al_2O_3 vyšší než 16 % je celkový obsah alkálií ($\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$) obvykle nejméně 1% a přednostně nejméně 2% až 7% nebo 10% a více. Obsah alkálií je obvykle nižší než 5% a přednostně nižší než 3%, je-li množství Al_2O_3 vyšší než 16 %. Tato vlákna mohou mít dobrou resistenci vůči hoření a další mechanické vlastnosti. Mají-li tyto vlastnosti menší důležitost, vlákna mající užitečnou rozpustnost při pH 4.5 mohou být získány s obsahem Al_2O_3 nižším než 16 % a obsahem $\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$ vyšším než 6 nebo 7 %, například 8 až 12 %, obvykle 8 až 10 %.

Další skupinou látek, které jsou nové, jsou vlákna přednostně vykazující rozpustnost a viskozitu taveniny danou výše a které mají obecně výše popsanou analýzu s tou výjimkou, že obsah alkálií ($\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$) je vyšší než 6 % a množství Al_2O_3 je obvykle 12-18 % a často není vyšší než 16 %, přednostně 13-16 %. Kompozice často obsahuje 0.5-4 % TiO_2 , obvykle 1-2 % TiO_2 . Obsah alkálií je obvykle zajištěn nejméně 5 % a často nejméně 7 % Na_2O . Celkové množství alkálií ($\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$) je přednostně 8-12 %, často 8-10 %.

Je možné vybrat elementární analýzu v obecných hranicích daných výše, aby byla získána definovaná kombinace viskozity taveniny a rychlosti rozpouštění při pH 4.5. Je také snadno možné, vybrat kompozici tak aby se vlákna přizpůsobila dalším vyžadovaným vlastnostem, jako je teplota tavení a slinovací teplota.

Například, je-li shledáno, že viskozita dané taveniny při 1400 °C je příliš vysoká, bylo by možné snížit celkový obsah SiO_2 a Al_2O_3 . Podobně, je-li viskozita taveniny příliš nízká, bylo by možné upravit ji zvýšením celkového obsahu $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3$, obecně v rozmezí 55 až 75 %, často

60 až 75 %, nebo zvýšením množství alkalických oxidů. Podobně, je možné snížit viskozitu zvýšením celkového množství oxidů kovů alkalických zemin a FeO.

Je-li rychlost rozpouštění při pH 4.5 příliš nízká, je možné ji zvýšit snížením obsahu SiO_2 , ovšem potom může být nezbytné zvýšit obsah Al_2O_3 (a/nebo přidat další složku jako třeba P_2O_5), aby byly zachovány vlastnosti taveniny.

Množství SiO_2 je normálně nejméně 32 %, často nejméně 34 % a přednostně nejméně 35%. Normálně je nižší než 47 % a přednostně nižší než 45 % a často 38-42 %. Avšak obsahy 42 až 47 % jsou preferovány, není-li obsah Al_2O_3 vyšší než 16 %.

Množství Al_2O_3 je obvykle nejméně 12 % a přednostně nejméně 13 %. Je-li množství alkálií relativně nízké, může být dobrá rozpustnost při pH 4.5 dosažena obsahem Al_2O_3 vyšším než 16 nebo 17 %, obzvláště nejméně 18 %, ale přednostně nejméně 20 % a často 24 %. Normálně je nižší než 28 % a přednostně nižší než 26 %. Často je upřednostněn obsah 20-23 %. Avšak, je-li množství alkálií relativně vysoké (například nejméně 7 % $\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$), dobrá rozpustnost při pH 4.5 může být získána obsahem Al_2O_3 nižším než 16 %, např. 13-15 %.

Celkové množství $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3$ je normálně mezi 55 až 75 %, obvykle nejméně 56 % a přednostně nejméně 57 %. V preferovaných produktech je často vyšší než 60 %, nejvýhodněji nejméně 61 nebo 62 %. Obsah je normálně nižší než 70 nebo 68 % a přednostně nižší než 65 %. Není-li množství Al_2O_3 vyšší než 16 %, je obsah $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3$ často 56 až 60 %.

Množství CaO je normálně nejméně 14 % a přednostně nejméně 18 %. Obvykle je nižší než 28 % a přednostně nižší než 25 %. Množství v rozmezí 14 až 20 % jsou často preferována.

Množství MgO je normálně nejméně 5 %, přednostně nejméně 6 % a nejvýhodněji nejméně 8 %. Obvykle je nižší než 15 % a přednostně nižší než 11 %. Není-li obsah Al_2O_3 vyšší než 16 %, množství MgO je přednostně 5 až 11 %.

Množství FeO je normálně nejméně 3 % a přednostně 5 %. Obvykle je nižší než 12 %, přednostně nižší než 10 % a nejvýhodněji nižší než 8 %. Množství 5 až 7 % jsou často preferována. Přednostně je obsah $\text{CaO}+\text{MgO}+\text{FeO}$ v rozmezí 25 až 40 %.

Kompozice často zahrnuje TiO_2 v množstvích až 3 nebo 4 %, obvykle do 2 %. Množství TiO_2 je obvykle nejméně 0.2 %, často nejméně 0.5 až 1 %.

Množství dalších prvků může být přítomno v kompozici v libovolném množství, které neovlivní požadované vlastnosti. Příklady dalších prvků jež mohou být zahrnuty jsou P_2O_5 , B_2O_3 , BaO, ZrO_2 , MnO, ZnO a V_2O_5 .

Často je žádoucí zahrnutí P_2O_5 a/nebo B_2O_3 , například kvůli upravení vlastností taveniny nebo pro úpravu rozpustnosti. Celkové množství P_2O_5 a B_2O_3 není obecně vyšší než 10 %. Množství P_2O_5 je obvykle vyšší než množství B_2O_3 a je obvykle nejméně 1 nebo 2 %. Často B_2O_3 zcela schází. Přednostně je P_2O_5 v rozmezí 1 až 8 %, obvykle 1 až 5 % a B_2O_3 v rozmezí 0 až 5 % (často 1 až 4 %).

Celkové množství těchto ostatních prvků je obvykle nižší než 15 % a často nižší než 10 nebo 8 %. Každý z přítomných prvků se normálně vyskytuje v množstvích ne vyšších než 2 %, s výjimkou P_2O_5 a/nebo B_2O_3 , které mohou být zastoupeny ve větším množství jak bylo uvedeno výše.

Tavenina může mít normální krystalizační charakteristiky, ovšem je-li vyžadována minimalizace krystalizace, může toho být dosaženo zahrnutím hořčíku v poměrně malých množstvích, např. 2 až 6 % MgO.

Jsou-li požadována vlákna se zvýšenou nehořlavostí, obvykle se vyžaduje zvýšení obsahu FeO, který je pak přednostně nejméně 6 %, např. 8 % nebo vyšší (např. 10 %) a obsah MgO by měl být nejméně 8 %.

Analýza kompozice je přednostně taková, aby vlákna měla rychlost rozpustnosti při pH 4.5 nejméně 25 a přednostně nejméně 40 nm za den. Vyžaduje se, aby rychlost rozpouštění byla co nejvyšší (to je v souladu s požadavky na adekvátní resistenci vůči ohni a vůči vlhkosti), ale obecně není nezbytné aby byla vyšší než 150 nebo 100 nm za den a obvykle je nižší než 80 nm za den.

Ačkoliv vysoká rychlost rozpouštění při pH 7.5 byla předpokládána jako žádoucí vlastnost (jako indikátor údajné schopnosti biodegradace), ve skutečnosti je nechtěnou vlastností, protože je indikátorem špatné odolnosti vůči povětrnostním vlivům jsou-li vlákna vystavena vlhkosti. Rozpustnost v plicích při pH 7.5 není nezbytně vyžadována pro biodegradovatelnost vláken. Přednostně mají vlákna rychlost rozpouštění při pH 7.5 v Gamblesově roztoku nižší než 25 a nejvýhodněji nižší než 15 nm za den.

Viskozita kompozice při 1400 °C je obvykle nejméně 12 nebo 15 poise a je přednostně nejméně 18 poise. Ačkoliv může být až např. 60 poise vysoká, je obecně nižší než 40 poise a přednostně není vyšší než 30 poise.

Je-li u vláken vyžadována dobrá resistance vůči hoření, složení je přednostně takové, že teplota slinutí je nejméně 800 °C a přednostně nejméně 1000 °C.

Teplota tání je obvykle nejméně 1200 °C, ale obvykle nejméně 1240 °C. Může být až 1400 °C vysoká, ale přednostně není vyšší než 1340 °C.

Výhodou použití tavenin se středním obsahem hliníku definovaných pro použití podle vynálezu je to, že dovoluje zahrnout do kompozice snadno dostupné materiály, mající střední obsah hliníku jako třeba horniny, písek a hlušina. To tedy minimalizuje potřebu použití drahých materiálů s vysokým obsahem hliníku, jako třeba bauxit nebo kaolin, a zároveň použití materiálů s velmi nízkým obsahem hliníku, jako třeba křemičitý nebo olivinový písek, železná ruda a pod. Tyto dražší materiály mohou být ovšem užitečné, je-li třeba. Typicky, snadno dostupné materiály se středním obsahem hliníku, které mohou být použity jako část nebo celek kompozice, zahrnují anorthosit, phonolit a gabbros.

Kompozice je typicky tvořena smícháním příslušných množství přírodní horninových a pískových materiálů, jako třeba anorthosit, gabbros, vápenec, dolomit, diabáza, apatit, materiály obsahující bór a odpadní materiály jako jsou odpadní minerální vlny, aluminosilikáty, škvára, a zvláště škváry s vysokým obsahem hliníku (20-30 %) jako jsou struska, slévarenský písek, filtrační prach, popílek, kal a odpady s vysokým obsahem hliníku z výroby žáruvzdorných materiálů.

Kompozice mohou být převedeny na taveninu obvyklými způsoby, například v plynu vytápěné peci nebo v elektrické peci nebo v kulovité peci. Výhodou vynálezu je to, že kompozice může snadno mít značně nízkou tavící teplotu (zatímco je zachována adekvátní viskozita při 1400 °C) a to minimalizuje množství energie, které je vyžadováno pro vytvoření taveniny.

Tavenina může být převedena na vlákna obvyklými způsoby, například spřádacím procesem nebo kaskádovým rotorovým procesem, jak je např. popsáno v WO92/06047.

Vlákna podle vynálezu mohou mít libovolný průměr a délku.

V tomto vynálezu je rychlost rozpouštění určena s použitím následujícího testovacího protokolu.

300 mg vlákna bylo umístěno v polyethylenových láhvích obsahujících 500 ml modifikovaného Gambleova roztoku (např. s komplexujícím činidlem), adjustovaných na pH 7.5 popřípadě 4.5. Jednou denně je pH přezkoušeno a je-li třeba, adjustováno pomocí HCl.

Testy jsou provedeny během jednoho týdne. Láhve jsou ponořeny ve vodní lázni při teplotě 37 °C a intenzivně protřepány dvakrát denně. Alikvotní podíly roztoku jsou odebrány po prvním a čtvrtém dnu a analyzovány na Si pomocí atomového absorpčního spektrometru Perkin-Elmer.

Modifikovaný Gambleův roztok má následující složení:

	g/l
MgCl ₂ .H ₂ O	0.212
NaCl	7.120
CaCl ₂ .2H ₂ O	0.029
Na ₂ SO ₄	0.079
Na ₂ HPO ₄	0.148
NaHCO ₃	1.950
(Na ₂ -tartarát).2H ₂ O.O	0.180
(Na ₃ -citrát).2H ₂ O	0.152
90 % mléčná kyselina	0.156
glycin	0.118
Na-pyruvát	0.172
formalín	1 ml

Distribuce průměru vláken je určena pro každý vzorek měřením průměrů nejméně 200 individuálních vláken pomocí výřezové metody a skenovacího elektronového mikroskopu nebo optického mikroskopu (zvětšení 1000 x). Odečty jsou použity pro výpočet specifického povrchu vzorku vlákna, přičemž se bere do úvahy hustota vlákna.

Na základě rozpustnosti SiO₂ (síťová rozpustnost) byla vypočtena specifická tloušťka rozpuštěného vlákna a tak stanovena rychlost rozpouštění (nm/den). Výpočet je založen na obsahu SiO₂ ve vlákně, specifickém povrchu a rozpuštěném množství Si.

V této specifikaci se slinovací teplota určuje následujícím testovacím protokolem:

Vzorek (5 x 5 x 7.5 cm) minerální vlny vyrobené z vláknité kompozice, která má být testována, je umístěn v peci přehřáté na 700 °C. Po 1.5 h sesychání bylo vyhodnoceno slinutí vzorku. Metoda se opakuje pokaždé s novým vzorkem a teplotou pece zvýšenou o 50 °C oproti předešlé hodnotě. Tak je určena maximální teplota pece, při které nedochází ke slinutí nebo nadměrnému sesychání vzorku.

V této specifikaci je viskozita při 1400 °C (v poise) vypočtena podle Bottiga and Weill, American Journal of Science Volume 272, May 1972, strany 455-475.

Příklady provedení vynálezu

Kompozice byly vytvořeny smícháním příslušného množství surovin jak je ukázáno v tabulce a každá byla tavena v peci a zvlákněna pomocí kaskádové spřádací techniky. Byla určena viskozita taveniny a rozpustnost každého vzorku. Složení jednotlivých kompozic a jejich vlastnosti jsou citovány v následujících tabulkách. Ve vynálezu je každá kompozice A až X považována za vhodnou a je vybrána pro následnou výrobu MMVF produktů, které jsou označovány jako produkty s dobrou biologickou rozpustností. Kompozice s viskozitou vyšší než 20 a rozpustností při pH 4.5 vyšší než 30 jsou preferovány.

Produkt 1 je podobný komerční škvárové vlně a vykazuje slabou viskozitu. Produkt 2 má vysoký obsah hliníku, ale proporce ostatních složek jsou takové, že viskozita taveniny je příliš vysoká pro výhodné spřádání. Produkt 3 je podobný komerčním produktům z horninové vlny s obvyklými dobrými vlastnostmi, má ovšem velmi nízkou rychlost rozpustnosti při pH 4.5. Podobně, produkty 1, 2 a 3 nejsou vybrány pro výrobu produktů z biologicky rozpustných umělých skelných vláken.

Vybraná vlákna mohou být získána v libovolné vhodné formě obvyklé u umělých skelných vláken. Např. mohou být dodávány jako produkt složený z volných nevázaných vláken. Obvykle jsou dodávána společně s vázacím činidlem, například jako výsledek formování vláken a jejich spojování obvyklými metodami. Obecně je produkt zpevněn jako deska, tabule nebo jinak tvarovaný materiál.

Produkty podle vynálezu mohou být formulovány pro libovolné použití MMV vláken, například jako desky, tabule, trubky nebo jinak tvarované produkty, které jsou určeny pro použití jako teplotní izolace, ohňovzdorné materiály, ochrana před hlukem, zvukotěsné nebo zvukoregulační materiály, popř. ve vhodném tvaru k použití jako zahradnická růstová média nebo coby volná vlákna pro zpevnění betonu, plastických hmot nebo dalších produktů nebo jako plnivo.

Fibre Types	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	FeO	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SUM	Vis poise 1400°C	Diss rate pH 7.5 (st) nm/day	Diss rate pH 4.5 (st) nm/day	Sintering temp °C
A	34.5	28.0	1.8	3.3	25.4	5.6	0.6	0.8	100.0	21.2	9.5	34.8	>800
B	36.2	26.3	1.9	4.9	17.7	10.8	1.0	1.1	100.0	19.4	6.8	45.1	>800
C	38.3	25.0	1.7	3.0	24.9	5.6	0.7	0.8	100.0	24.7	7.4	53.8	>800
D	38.1	24.7	1.8	4.6	17.4	11.3	1.2	0.8	100.0	20.0	7.9	64.2	>800
E	43.2	20.0	1.6	5.0	16.6	11.5	1.2	0.8	100.0	22.8	5.0	57.9	>800
F	43.2	19.8	1.5	3.4	24.7	5.6	1.0	0.8	100.0	27.1	4.8	47.0	>800
G	47.7	19.4	0.8	3.7	16.6	10.8	0.4	0.4	100.0	34.7	3.0	21.0	>800
H	43.7	18.8	3.6	5.4	16.4	9.7	1.8	0.7	100.0	25.1	5.8	38.6	>800
I	45.6	18.1	1.5	5.3	16.5	9.7	2.5	0.7	100.0	30.8	3.1	44.4	>800
J	46.9	18.9	0.5	3.3	17.0	9.5	3.4	0.5	100.0	44.0	0.9	35.2	>800
K	44.1	18.7	1.6	5.2	16.5	9.8	3.3	0.7	100.0	30.3	2.6	41.1	>800
L	39.6	24.3	1.8	3.2	21.7	6.7	1.8	0.8	100.0	30.8	5.7	49	>800
M	43.8	20.4	1.2	10.3	15.6	8.3	0.2	0.3	100.0	21.9	3.9	39.7	>1000
N	42.9	23.2	0.7	8.8	17.5	5.1	0.6	1.4	100.0	36.8	-	45.9	>900
O	43.1	19.9	1.6	10.1	15.0	9.3	0.6	0.4	100.0	19.8	4.6	51.9	>1000
P	37.8	18.3	0.9	12.0	15.8	10.1	4.7	0.3	100.0	15.0	10.2	61.5	>1000
Q	40.0	22.2	2.0	7.5	15.2	10.7	1.5	0.8	100.0	19.4	7.1	61.1	>1000
R	45.4	14.5	1.6	5.6	15.3	7.2	9.0	0.9	100.0	39.9	3.1	48.1	>1000
S	45.3	17.5	0.7	5.7	20.3	7.8	1.7	0.6	100.0	25.9	1.8	48.6	>1000
T	43.1	14.0	0.7	0.5	34.3	5.2	0.7	1.5	100.0	15.2	1.5	59.8	>700
U	37.2	16.1	1.6	3.3	21.5	10.1	9.3	1.0	100.0	29.2	5.2	48.0	>800
V	42.9	16.6	1.7	6.4	16.8	9.6	5.2	0.8	100.0	25.3	3.1	21.9	>1000
W	38.9	16.4	1.4	8.4	20.0	7.9	6.4	0.6	100.0	20.2	9.5	33.0	>1000
X	42.5	16.4	1.7	5.8	21.1	6.3	5.4	0.8	100.0	27.1	4.1	32.9	>1000
1	42.7	8.8	0.3	0.4	36.9	9.4	0.7	0.3	100.0	8.2	13.9	41.1	>700
2	39.7	32.8	1.7	7.0	15.7	2.1	0.3	0.7	100.0	100.0	7.8	59.3	>1000
3	46.9	13.2	3.0	6.4	17.1	9.4	2.6	1.3	100.0	23.7	2.0	3.0	>1000

Průmyslová využitelnost

Umělá skelná vlákna vyrobená podle patentu lze použít jako biologicky akceptovatelné produkty díky snadnému rozpouštění a odbourání v plicích.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob přípravy produktů z umělých skelných vláken zahrnující tvorbu jedné nebo více minerálních tavenin a výrobu vláken z jejich směsi nebo z každé z nich, v y z n a č u j í c í s e t í m, že viskozita taveniny a rychlost rozpouštění vláken při pH 4.5 jsou určeny pro směs nebo každou kompozici zvlášť, přičemž je vybrána taková kompozice, mající viskozitu při 1400 °C 10 až 70 poise a poskytující vlákna, která vykazují rychlost rozpouštění nejméně 20 nm za den, je-li měřena při pH 4.5 a teplotu slinutí nejméně 800 °C a které zahrnují hmotnostní podíly oxidů:

SiO ₂	32 až 48 %
Al ₂ O ₃	10 až 30 %
CaO	10 až 28 %
MgO	2 až 20 %
FeO	2 až 15 %
Na ₂ O+K ₂ O	0 až 12 %
TiO ₂	0 až 4 %
Další prvky	0 až 8 %

a vybrané kompozice se používají pro výrobu umělých skelných vláken.

2. Použití vláken vyrobených z kompozice, která zahrnuje hmotnostní podíly oxidů

SiO ₂	32 až 48 %
Al ₂ O ₃	12 až 30 %
CaO	10 až 28 %
MgO	2 až 20 %
FeO	2 až 15 %
Na ₂ O+K ₂ O	0 až 12 %
TiO ₂	0 až 4 %
Další prvky	0 až 8 %

a vykazující viskozitu 10 až 70 poise při 1400 °C, popř. vláken vykazujících rychlost rozpouštění měřenou při pH 4.5 nejméně 20 nm za den a vláken majících slinovací teplotu nejméně 800 °C, jako biologicky akceptovatelná umělá skelná vlákna.

3. Balení obsahující produkty z umělých skelných vláken vyznačující se tím, že vlákna jsou vyrobena z kompozice mající složení (ve formě oxidů) zahrnující

SiO ₂	32 až 48 %
Al ₂ O ₃	12 až 30 %
CaO	10 až 28 %
MgO	2 až 20 %
FeO	2 až 15 %
Na ₂ O+K ₂ O	0 až 12 %
TiO ₂	0 až 4 %
Další prvky	0 až 8 %

a která má viskozitu 10 až 70 poise při teplotě 1400 °C a vlákna mají rychlost rozpouštění při pH 4.5 nejmeně 20 nm za den a vlákna mají teplotu slinování nejmeně 800 °C.

4. Vynález podle nároků 1 až 3 vyznačující se tím, že obsah Al₂O₃ je od 16 do 28 %.

5. Vynález podle nároků 1 až 4 vyznačující se tím, že obsah MgO je v rozmezí 5 až 20 %.

6. Vynález podle nároků 1 až 5 vyznačující se tím, že obsah železa měřeného jako FeO je do 10 %.

7. Vynález podle nároků 1 až 6 vyznačující se tím, že obsah železa ve vláknech měřeného jako FeO je nejmeně 5 %, ale nejvýše 10 %.

8. Vynález podle nároků 1 až 7 vyznačující se tím, že viskozita kompozice při 1400 °C je nejmeně 12 poise.

9. Vynález podle nároků 1 až 8 vyznačující se tím, že kompozice má viskozitu při 1400 °C 15 až 40 poise.

10. Vynález podle nároků 1 až 9 vyznačující se tím, že rychlost rozpouštění při pH 7.5 je nižší než 15 nm za den.

11. Vynález podle nároků 1 až 10 v y z n a č u j í c í s e t í m, že vlákna mají teplotu slinutí nejméně 1000 °C.

12. Vynález podle nároků 1 až 11 v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsah Al_2O_3 je 18 až 30 %, $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ je 60 až 75 %, FeO je 2 až 12 %, $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ je 0 až 7 %, TiO_2 je 0 až 4 % a další prvky jsou v rozmezí 0 až 8 %.

13. Vynález podle nároků 1 až 12 v y z n a č u j í c í s e t í m, že kompozice zajišťuje teplotu tání 1240 až 1340 °C.

14. Vynález podle nároků 1 až 13 v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsah Al_2O_3 je nižší než 19 %.

15. Produkt zahrnující umělá skelná vlákna v y z n a č u j í c í s e t í m, že jsou vyrobená z kompozice mající složení (ve formě oxidů) zahrnující

SiO_2	32 až 48 %
Al_2O_3	12 až 30 %
CaO	10 až 28 %
MgO	2 až 20 %
FeO	2 až 15 %
$\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$	6 až 12 %
TiO_2	0 až 4 %
Další prvky	0 až 8 %

a kompozice má viskozitu 10 až 70 poise při teplotě 1400 °C a vlákna vykazují rychlost rozpouštění při pH 4.5 nejméně 20 nm za den a vlákna mají slinovací teplotu nejméně 800 °C.

16. Produkt podle nároku 15 v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsah MgO je nejméně 5% a nejvíce 20 %.

17. Produkt podle nároků 15 nebo 16 v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsah železa měřený jako FeO je v rozmezí 5 až 20 %.

18. Produkt podle nároků 15 až 17 v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsah SiO_2 je v rozmezí 32 až 45 %.

19. Produkt podle nároků 15 až 17 v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsah $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ je v rozmezí 5 až 10 %.