

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2017-523948

(P2017-523948A)

(43) 公表日 平成29年8月24日(2017.8.24)

(51) Int.Cl.		F I			テーマコード (参考)
C03C 13/06	(2006.01)	C O 3 C	13/06		3 H O 3 6
D01F 9/08	(2006.01)	D O 1 F	9/08	A	4 G O 6 2
F16L 59/02	(2006.01)	F 1 6 L	59/02		4 L O 3 7

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 24 頁)

(21) 出願番号	特願2017-502708 (P2017-502708)	(71) 出願人	514155913 ユニフラックス ワン リミテッド ライ アビリティ カンパニー アメリカ合衆国 ニューヨーク州 141 50 トナウォンダ リバーウォーク パ ークウェイ 600 スイート 120
(86) (22) 出願日	平成26年12月23日 (2014.12.23)	(74) 代理人	100086771 弁理士 西島 孝喜
(85) 翻訳文提出日	平成29年1月16日 (2017.1.16)	(74) 代理人	100088694 弁理士 弟子丸 健
(86) 国際出願番号	PCT/US2014/072018	(74) 代理人	100094569 弁理士 田中 伸一郎
(87) 国際公開番号	W02016/010579	(74) 代理人	100084663 弁理士 箱田 篤
(87) 国際公開日	平成28年1月21日 (2016.1.21)		
(31) 優先権主張番号	62/025,538		
(32) 優先日	平成26年7月17日 (2014.7.17)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 改善された収縮率および強度を持つ無機繊維

(57) 【要約】

主な繊維成分としてシリカおよびマグネシアを含有する無機繊維であって、これは、該繊維の熱的安定性を改善するために、意図された酸化ストロンチウム添加剤を更に含む。該無機繊維は、1,260 およびそれ以上において、24時間またはそれ以上に渡り、良好な熱的な性能を示し、その使用温度への曝露後に機械的一体性を維持しており、しかも生理的流体における低い生体内持続性を示す。同様に、断熱製品の諸形態、該無機繊維の製造方法および複数の該無機繊維から製造した断熱材を用いて物品を熱的に絶縁する方法も提供される。

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、および0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウムの繊維化生成物を含む無機繊維であって、該無機繊維が、生理食塩水における低い生体内持続性、1260 以上の温度における低い収縮率および良好な機械的強度を示すことを特徴とする、無機繊維。

【請求項 2】

前記繊維化生成物が、アルミナ、ボリア、およびこれらの混合物からなる群から選択される粘度調整剤をさらに含む、請求項1に記載の無機繊維。

【請求項 3】

以下：

- (i) 前記繊維が、0を超え約11質量%までのジルコニアを含む；
 - (ii) 該繊維が、 Fe_2O_3 として測定して、1質量%以下の酸化鉄を含む；
 - (iii) 該繊維が、1質量%以下のカルシアを含む；
 - (iv) 該繊維が、実質上アルカリ金属酸化物を含まない；および
 - (v) 該繊維が、2 μm を超える平均径を持つ、
- の内の少なくとも一つによってさらに特徴付けられる、請求項1に記載の無機繊維。

【請求項 4】

前記繊維が、1260 にて24時間に渡り、約10%以下の収縮率を示す、請求項1～3の何れか1項に記載の無機繊維。

【請求項 5】

前記繊維が、1400 にて24時間に渡り、約10%以下の収縮率を示す、請求項1～3の何れか1項に記載の無機繊維。

【請求項 6】

以下：

- (i) 約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、および0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム；または
 - (ii) 約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、および約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、
- の内の一方の繊維化生成物を含む、請求項1～3の何れか1項に記載の無機繊維。

【請求項 7】

前記無機繊維が、約70～約80質量%のシリカ、約15～約30質量%のマグネシア、および0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウムの繊維化生成物を含む、請求項1～3の何れか1項に記載の無機繊維。

【請求項 8】

前記無機繊維が、以下：

- (i) 約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、および0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム；
 - (ii) 約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、および0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム；
 - (iii) 約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、および0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウム；および
 - (iv) 約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、および約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、
- の内の何れか一つの繊維化生成物を含む、請求項1～3の何れか1項に記載の無機繊維。

【請求項 9】

前記無機繊維が、以下：

- (i) 約72～約86質量%のシリカ、約14～約28質量%のマグネシア、および0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム；
- (ii) 約72～約86質量%のシリカ、約14～約28質量%のマグネシア、および0を超え約4質

10

20

30

40

50

量%までの酸化ストロンチウム；

(iii) 約72～約86質量%のシリカ、約14～約28質量%のマグネシア、および0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウム；または

(iv) 約72～約86質量%のシリカ、約14～約28質量%のマグネシア、および約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、

の内の何れか一つの繊維化生成物を含む、請求項1～3の何れか1項に記載の無機繊維。

【請求項10】

前記無機繊維が、以下：

(i) 約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、および0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム；

(ii) 約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、および0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム；

(iii) 約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、および0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウム；または

(iv) 約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、および約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、

の内の何れか一つの繊維化生成物を含む、請求項1～3の何れか1項に記載の無機繊維。

【請求項11】

生理食塩水における低い生体内持続性、低い収縮率および良好な機械的強度を示す、請求項1～10の何れか1項に記載の無機繊維を製造する方法であって、

シリカ、マグネシア、酸化ストロンチウム、任意でジルコニア、および任意で粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する工程；および

該融液から繊維を製造する工程、

を含むことを特徴とする、方法。

【請求項12】

物品を絶縁する方法であって、該物品の上、その中、その近傍またはその周りに断熱材を堆積させる工程を含み、該断熱材が、請求項1～10の何れか1項に記載の繊維化生成物を含むことを特徴とする、方法。

【請求項13】

バルク繊維、ブランケット、ブロック、板紙、コーキング組成物、セメント組成物、塗膜、フェルト、マット、成形性組成物、モジュール、紙、ポンプ輸送可能な組成物、パテ組成物、シート、タンピング混合物、減圧注型造形品、減圧注型成型品、または織布、編組、クロス、織物、ロープ、テープ、スリーブ、芯材の少なくとも1種を含む、無機繊維含有物品であって、該繊維含有物品が、請求項1～10の何れか1項に記載の繊維化生成物を含むことを特徴とする、物品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本件は、2014年7月17日付で出願された米国仮特許出願第62/025,538号について、35 U.S.C. § 119(e)に基づく、出願日に関する利益を請求するものである。該米国仮特許出願を、言及することによりここに組入れる。

【0002】

断熱材料、電気絶縁材料、または遮音材料として有用であり、また1,260 °Cおよびこれを超える使用温度を持つ高温耐熱性無機繊維を提供する。該高温耐熱性無機繊維は、容易に製造することができ、該使用温度に曝露した後に低い収縮率を示し、該使用温度に曝露した後に良好な機械的強度を維持し、しかも生理的流体において低い生体内持続性(biopersistence)を示す。

【背景技術】

【0003】

絶縁材工業は、断熱、電気絶縁および遮音用途において、生理的流体中で耐久性を持た

10

20

30

40

50

ない繊維、即ち生理的流体中で低い生体内持続性を示す繊維組成物を利用することが望ましいことであるものとの取り決めをした。

候補材料が提案されているが、これら材料に係る使用温度(use temperature)限界は、高温耐熱性繊維が適用される多くの用途に対応するのに十分に高いものではなかった。例えば、このような生体内持続性の低い繊維は、耐火セラミック繊維の性能と比較して、供給温度(service temperature)において高い収縮率を示し、および/または1,000 ~ 1,400 の範囲の供給温度に曝露した際に、低下された機械的強度を示す。

上記高温耐熱性で低生体内持続性の繊維は、絶縁される物品に対して効果的な熱的保護を与えるためには、予想される曝露温度において、また該予想される使用温度に対して長期に渡ってまたは継続的に曝露された後に、最小の収縮率を示すべきである。

絶縁に際して使用される繊維において重要である収縮率特性によって表されるような耐熱性に加えて、該低生体内持続性繊維は、該予想される使用または供給温度に曝露している間、またはその後に、該繊維が使用中にその構造的・一体性および絶縁特性の維持を可能とするであろう、機械的強度特性を持つことも必要とされる。

【0004】

繊維の機械的・一体性に係る一つの特徴は、その使用後の脆砕性である。繊維がより脆砕性であればある程、即ち繊維がより一層容易に圧潰されあるいは粉々に砕かれる程、該繊維の持つ機械的・一体性は低い。一般に、高温耐熱性および生理的流体における低生体内持続性両者を発揮する無機繊維は、同様に高い使用後の脆砕性をも示す。これは、その絶縁の目的を実現するのに必要とされる構造の提供を可能とする、供給温度に曝露された後の強度および機械的・一体性に欠ける脆い繊維を、結果としてもたらす。繊維に係る機械的・一体性の他の尺度は、圧縮強さおよび圧縮回復率(compression recovery)を含む。

【発明の概要】

【0005】

従って、所望の成分からなる繊維化可能な融液から容易に製造することができ、低い生体内持続性、1,260 またはこれを超える供給温度に曝露されている間およびその後の低い収縮率を示し、また予想される使用温度に曝された後の低い脆性を呈し、しかも1,260 またはこれを超える使用温度に曝露された後に機械的・一体性を維持している、改善された無機繊維組成物を提供することが望ましい。

【0006】

提供されるのは、高温耐熱性アルカリ土類金属シリケート繊維であり、該無機繊維は、これが1,000 ~ 1,500 という高い温度に曝された場合に、改善された熱安定性を示す。アルカリ土類金属シリケート無機繊維に対する適量のストロンチウムの添加が、酸化ストロンチウム添加剤を含まない例の値を超えて、繊維収縮率を低下し、しかも機械的強度を高めることを見出した。従って、該繊維は、生理的溶液における低い生体内持続性、予想される使用温度に対して曝露した後の、低減された線収縮率および改善された機械的強度を示す。

【発明を実施するための形態】

【0007】

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65~約86質量%のシリカ、約14~約35質量%のマグネシア、および酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65~約86質量%のシリカ、約14~約35質量%のマグネシア、および0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65~約86質量%のシリカ、約14~約35質量%のマグネシア、および0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65~約86質量%のシリカ、約14~約35質量%のマグネシア、および0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、および約1～約2質量%の酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

【0008】

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、約0.3質量%未満のカルシア、および約1.5質量%またはそれ未満のアルミナでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約70～約80質量%のシリカ、約15～約30質量%のマグネシア、および0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

10

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、および0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、および0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、および0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約86質量%のシリカ、約14～約28質量%のマグネシア、および0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

20

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、および約1～約2質量%の酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

【0009】

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、約0.3質量%未満のカルシア、および約1.5質量%またはそれ未満のアルミナでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、および0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

30

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、および0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、および0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、および約1～約2質量%の酸化ストロンチウムでできた繊維化生成物を含む。

40

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、約0.3質量%未満のカルシア、および約1.5質量%またはそれ未満のアルミナでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

【0010】

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、70質量%を超えるシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を

50

含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウムおよび粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

10

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウムおよび粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、約0.3質量%未満のカルシア、および約1.5質量%またはそれ未満の粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約70～約80質量%のシリカ、約15～約30質量%のマグネシア、0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

20

【0011】

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約70～約80質量%のシリカ、約15～約30質量%のマグネシア、0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約70～約80質量%のシリカ、約15～約30質量%のマグネシア、0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約70～約80質量%のシリカ、約15～約30質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウムおよび粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

30

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約70～約80質量%のシリカ、約15～約30質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、約0.3質量%未満のカルシアおよび約1.5質量%またはそれ未満の粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

40

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

【0012】

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約80質量%のシリカ、約20～約28質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、約0.3質量%未満のカルシアおよび約1.5質量%またはそれ未満の粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約86質量%のシリカ、約14～約28質量%のマグネシア、0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整

50

剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約86質量%のシリカ、約14～約28質量%のマグネシア、0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約86質量%のシリカ、約14～約28質量%のマグネシア、0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約86質量%のシリカ、約14～約28質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約72～約86質量%のシリカ、約14～約28質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、約0.3質量%未満のカルシア、および1.5質量%またはそれ未満の粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

【0013】

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、および粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約75～約80質量%のシリカ、約20～約25質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、0.3質量%未満のカルシア、および1.5質量%またはそれ未満の粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

限定無しに、かつ単なる例示のために、上記無機繊維組成物に含めることのできる適当な粘度調整剤は、アルミナ、ボリア、およびアルミナとボリアとの混合物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、酸化ストロンチウム、および粘度調整剤としてのアルミナでできた繊維化生成物を含む。

【0014】

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤としてのアルミナでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤としてのアルミナでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤としてのアルミナでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム、および0を超え約2質量%までの、粘度調整剤としてのアルミナでできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム、および0を超え約2質量%までの、粘度調整剤としてのアルミナでできた繊維化生成物を含む。

10

20

30

40

50

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、酸化ストロンチウム、0を超え約11質量%までのジルコニア、

50

およびアルミナ、ボリア、またはアルミナとボリアとの混合物を含む粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム、0を超え約11質量%までのジルコニア、およびアルミナ、ボリア、またはアルミナとボリアとの混合物を含む粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム、0を超え約11質量%までのジルコニア、およびアルミナ、ボリア、またはアルミナとボリアとの混合物を含む粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウム、0を超え約11質量%までのジルコニア、およびアルミナ、ボリア、またはアルミナとボリアとの混合物を含む粘度調整剤でできた繊維化生成物を含む。

【0020】

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維は、1質量%またはそれ未満のカルシアを含む。その他の実例となる態様に従えば、該無機繊維は、0.5質量%またはそれ未満のカルシアを含む。更なる実例となる態様に従えば、該無機繊維は、0.3質量%またはそれ未満のカルシアを含む。

特定の態様に従えば、上記無機繊維は、実質的にアルカリ金属酸化物を含まない。

特定の態様に従えば、高温耐熱性無機繊維が提供され、該無機繊維は、1,260 またはこれを超える使用温度に対して、24時間またはこれを超える期間に渡って曝露された場合に、約10%またはそれ未満の線収縮率を示し、また該使用温度に曝露された後に機械的一体性を維持しており、しかも生理的流体において低い生体内持続性を示す。

特定の態様に従えば、上記高温耐熱性無機繊維は、1,260 またはこれを超える使用温度に対して、24時間またはこれを超える期間に渡り曝露された場合に、約5%またはそれ未満の線収縮率を示し、また該使用温度に曝露された後に機械的一体性を維持しており、しかも生理的流体において低い生体内持続性を示す。

特定の態様に従えば、上記高温耐熱性無機繊維は、1,260 またはこれを超える使用温度に対して、24時間またはこれを超える期間に渡り曝露された場合に、約4%またはそれ未満の線収縮率を示し、該使用温度への曝露後に機械的一体性を維持しており、しかも生理的流体において低い生体内持続性を示す。

特定の態様に従えば、高温耐熱性無機繊維が提供され、該無機繊維は、1,400 またはこれを超える使用温度に対して、24時間またはこれを超える期間に渡って曝露された場合に、約10%またはそれ未満の線収縮率を示し、また該無機繊維は、該使用温度への曝露後に機械的一体性を維持しており、しかも生理的流体において低い生体内持続性を示す。

【0021】

特定の態様に従えば、上記高温耐熱性無機繊維は、1,400 またはこれを超える使用温度に対して、24時間またはこれを超える期間に渡り曝露された場合に、約5%またはそれ未満の線収縮率を示し、また該使用温度への曝露後に機械的一体性を維持しており、しかも生理的流体において低い生体内持続性を示す。

特定の態様に従えば、上記高温耐熱性無機繊維は、1,400 またはこれを超える使用温度に対して、24時間またはこれを超える期間に渡り曝露された場合に、約4%またはそれ未満の線収縮率を示し、および該使用温度への曝露後に機械的一体性を維持しており、しかも生理的流体において低い生体内持続性を示す。

特定の実例となる態様に従えば、1,260 またはこれを超える使用温度を有し、該使用温度への曝露後に機械的一体性を維持しており、しかも生理的流体において低い生体内持続性を示す、高温耐熱性無機繊維の製造方法が提供される。該繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシアおよび酸化ストロンチウムを含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、および0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウムを含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、および0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウムを含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

【0022】

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、および0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウムを含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

10

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、および約1～約2質量%の酸化ストロンチウムを含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、約0.3質量%またはそれ未満のカルシア、および1.5質量%またはそれ未満のアルミナを含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、酸化ストロンチウム、および粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

20

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

【0023】

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウム、および粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

30

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、および粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、約0.3またはそれ未満のカルシア、および1.5質量%またはそれ未満の粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

40

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、酸化ストロンチウム、0を超え約11質量%までのジルコニア、および粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約5質量%までの酸化ストロンチウム、0を超え約11質量%までのジルコニア、および粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

【0024】

50

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約4質量%までの酸化ストロンチウム、0を超え約11質量%までのジルコニア、および粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、0を超え約3質量%までの酸化ストロンチウム、0を超え約11質量%までのジルコニア、および粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、0を超え約11質量%までのジルコニアおよび粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

特定の実例となる態様に従えば、上記無機繊維の製造方法は、約65～約86質量%のシリカ、約14～約35質量%のマグネシア、約1～約2質量%の酸化ストロンチウム、約0.3質量%またはそれ未満のカルシア、0を超え約11質量%までのジルコニア、および1.5質量%またはそれ未満の粘度調整剤を含む成分を用いて融液を形成する段階、および該融液から繊維を製造する段階を含む。

限定無しに、上記無機繊維を製造するための成分の融液に添加される上記粘度調整剤は、アルミナ、ボリア、およびアルミナとボリアとの混合物から選択することができる。該粘度調整剤は、該融液を繊維化可能とするのに有効な量で、該成分の融液中に含められる。

【0025】

同様に提供されるのは、上述の開示された実例となる態様の何れかに係る、多数の、今開示された高温耐熱性で低生体内持続性の無機繊維から製造される繊維質絶縁体で、物品を熱的に絶縁する方法である。該方法は、熱的に絶縁すべき該物品の上、その中、その近傍またはその周りに、多数の該無機繊維を含む断熱材を堆積させる段階を含む。

同様に提供されるものは、上述の如き無機繊維を含有する物品であり、該物品は、バルク繊維、ブランケット、ブロック、板紙、コーキング組成物、セメント組成物、塗膜、フェルト、マット、成形性組成物、モジュール、紙、ポンプ輸送可能な組成物、パテ組成物、シート、タンピング(tamping)混合物、減圧注型造形品、減圧注型成型品、または織布(例えば、編組、クロス、織物、ロープ、テープ、スリーブ、芯材)の少なくとも1種を含む。

ガラス組成物が、満足な高温耐熱性繊維製品を製造するための見込みある候補であるためには、製造されるべき該繊維は、製造可能であり、生理的流体に対して十分に溶解性(即ち、低い生体内持続性を持ち)、しかも高い供給温度に曝露されている間に、最小の収縮率および最小の機械的強度の喪失を伴って、該高い温度に対して存続し得るものである必要がある。

本発明の無機繊維は、生理的流体に対して低い生体内持続性を示す。生理的流体に対する「低い生体内持続性」との用語により、該無機繊維が、インビトロテスト中に、このような流体、例えば疑似肺液に対して少なくとも部分的に溶解することを意味する。

生体内持続性は、ヒトの肺において見られる温度および化学的条件をシミュレートした条件の下で、質量が該繊維から失われる速度($\text{ng}/\text{cm}^2\cdot\text{時}$)を測定することによりテストできる。このテストは、約0.1gのデショット(de-shotted)繊維を、50mLの疑似肺液(SLF)に6時間に渡り曝露することからなっている。このテスト系全体は、人体の温度をシミュレートするために、37℃に維持されている。

【0026】

上記SLFを、上記繊維に曝露した後に、これを集め、かつ誘導結合プラズマ分光分析法(Inductively Coupled Plasma Spectroscopy)を利用して、ガラス成分について分析する。同様に、「ブランク」のSLFサンプルをも測定し、また該SLF中に存在する元素につき補正するのに使用する。一旦これらのデータが得られると、この研究の時間間隔に渡り、該繊維

維が質量を失っていく割合を算出することができる。該繊維は、普通の耐火セラミック繊維よりも、疑似肺液における生体内持続性において実質的に低い。

「粘度」は、ガラス融液が、流動および剪断応力に対して抵抗する能力を表す。粘度-温度の関係は、与えられたガラス組成物を繊維化し得るか否かを決定する上で決定的である。最適粘度曲線は、その繊維化温度において低い粘度(5~50ポアズ)を持つであろうし、また該温度の低下に伴って徐々に増大するであろう。該融液が、該繊維化温度において十分に粘稠でない(即ち、極めて薄い)場合には、高い比率で非-繊維化材料(ショット(shot))を含む、短く細い繊維がもたらされる。該融液が、その繊維化温度において余りに粘稠である場合には、得られる繊維は、極めて粗く(径が大きく)かつ短いであろう。

粘度は融液の化学的性質に依存し、これはまた粘度調整剤として作用する元素または成分によっても影響を受ける。粘度調整剤は、該繊維融液からの繊維のブロー成形または紡糸を可能とする。しかし、このような粘度調整剤は、その型またはその量の何れかによって、該ブロー成型または紡糸された繊維の溶解度、防縮性、または機械的強度に悪影響を及ぼさないことが望ましい。

【0027】

規定された組成を持つ繊維が、許容し得る性能レベルにて容易に製造できるか否かをテストするための一方法は、実験化学に係る粘度曲線が、容易に繊維化し得る既知製品のものとは一致するか否かを決定することである。粘度-温度プロファイルは、高温にて機能し得る粘度計で測定することができる。更に、適当な粘度プロファイルは、製造される繊維の性能(指数、径、長さ)を検査する、日常的な実験により推測できる。ガラス組成物に関する粘度-温度曲線の勾配は、融液が容易に繊維化されるであろうこと、またそれ故にその得られる繊維の性能(例えば、該繊維のショット含有率、繊維径、および繊維長さに影響を及ぼす)を表している。ガラスは、一般的に高温において低い粘度を持つ。温度が低下するにつれて、該粘度は増大する。与えられた温度におけるその粘度の値は、その粘度-温度曲線の全体としての峻度がそうであろうように、そのガラス組成の関数として変動するであろう。本発明の繊維融液組成物は、容易に製造し得る繊維の粘度プロファイルを持つ。

無機繊維の線収縮率は、高温における繊維の寸法安定性に係る、または特定の連続的供給温度または使用温度におけるその性能に係る良好な尺度である。繊維は、これらをマットに成形し、および該マットと一緒にニードルパンチ処理して、約64~約160kg/m³(約4~10lb/ft³)という密度および約2.54cm(約1in)の厚みを持つブランケットとすることによって、収縮率につきテストされる。このようなパッドを、約7.62cm×約12.7cm(3in×5in)の小片に裁断し、また該材料の面内にプラチナ製のピンを挿入する。次に、これらピン間の分離距離を注意深く測定し、また記録する。次いで、該パッドを炉内に据えて、温度勾配をかけ、かつ一定の期間に渡りその温度に保持する。加熱後、該ピンの間隔を再度測定して、該パッドが受けた線収縮を決定する。

【0028】

一つのこのようなテストにおいて、上記繊維片の長さおよび幅を注意深く測定し、該パッドを炉内に据えて、24に渡り1,260または1,400の温度とした。冷却後、その横方向の寸法を測定し、またその線収縮率を、測定の「前」および「後」で比較することにより決定した。該繊維がブランケットの形状で利用し得る場合、測定は、パッドを形成する必要性なしに、該ブランケットに対して直接行うことができる。

同様に、機械的一体性も重要な特性の1つであり、その理由は、上記繊維が、任意の用途においてそれ自身の質量を支持する必要がある、また同様に移動する空気またはガスによる摩擦に抵抗することができなければならないことにある。繊維の保全性および機械的強度の指標は、視覚的および接触的観測により、並びに供給温度への曝露後の繊維に係るこれら特性の機械的な測定によって与えられる。該使用温度への曝露後に、該繊維がその保全性を維持する能力は、同様に圧縮強さおよび圧縮回復率についてテストすることにより機械的に測定することができる。これらのテストは、夫々該パッドをどの程度容易に変形し得るか、および50%の圧縮後に該パッドが示すレジリエンスの量(または圧縮回復率)

を測定する。視覚的および接触的観測は、本発明の無機繊維が、完全な状態を維持しており、また少なくとも1,260または1,400 という使用温度への曝露後に、その形状を維持していることを示している。

特定の態様によれば、上記低収縮率の高温耐熱性無機繊維は、マグネシアおよびシリカをその主成分として含有する融液でできた繊維化生成物を含む。上記低生体内持続性無機繊維は、標準的なガラスおよびセラミック繊維の製法により製造される。シリカ、任意の適当なマグネシア源、例えばエンスタタイト、フォルステライト、マグネシア、マグネサイト、焼成マグネサイト、マグネシウムジルコネート、ペリクレーズ、ステアタイト、またはタルク等の原料を使用し得る。ストロンチウムを、 SrO および/または SrCO_3 として該繊維融液に含めることができる。ジルコニアを該繊維融液に含める場合、ジルコニアの任意の適当な源、例えばパデレライト、マグネシウムジルコネート、ジルコンまたはジルコニアを適当な炉内に導入し、該炉内でこれらを、バッチ式または連続式モードの何れかで溶解し、繊維化ノズルを用いてブロー成形し、または紡糸する。

【0029】

マグネシアおよびシリカでできた上記繊維化生成物を含む上記無機繊維は、「マグネシウム-シリケート」繊維と呼ばれる。この低収縮率で高温耐熱性の無機繊維は、また酸化ストロンチウム-含有原料成分を、該繊維融液の化学的構成の一部として含む。

特定の態様によれば、本発明の無機繊維は、 $2\mu\text{m}$ を超える平均径を持つ。

特定の態様によれば、本発明の無機繊維は、約1,100 ~ 約1,500 の温度における低い収縮率および良好な機械的強度、および低い生体内持続性を示す。

特定の態様によれば、本発明の無機繊維は、約1,260 ~ 約1,500 の温度における低い収縮率および良好な機械的強度、および低い生体内持続性を示す。

特定の態様によれば、本発明の無機繊維は、約1,260 ~ 約1,400 の温度における低い収縮率および良好な機械的強度、および低い生体内持続性を示す。

特定の態様によれば、本発明の無機繊維は、約1,400 ~ 約1,500 の温度における低い収縮率および良好な機械的強度、および低い生体内持続性を示す。

マグネシア、シリカおよび酸化ストロンチウムに加えて、酸化ストロンチウム添加剤を含む上記マグネシウム-シリケート繊維は、カルシア不純物を含むことができる。特定の態様において、該繊維は、約1質量%を超えるカルシア不純物を含むことはない。他の態様において、該繊維は、0.5質量%未満のカルシア不純物を含む。他の態様において、該繊維は、0.3質量%未満のカルシアを含む。

意図された酸化ストロンチウム添加剤を含む上記マグネシウム-シリケート繊維は、1,400 という供給温度に24時間に渡り曝露された後に、約10%またはそれ未満の線収縮率を示す。他の態様において、意図された酸化ストロンチウム添加剤を含有する該マグネシウム-シリケート繊維は、1,400 という供給温度に24時間に渡り曝露された後に、約5%またはそれ未満の線収縮率を示す。他の態様において、意図された酸化ストロンチウム添加剤を含有する該マグネシウム-シリケート繊維は、1,400 という供給温度に24時間に渡り曝露された後に、約4%またはそれ未満の線収縮率を示す。

【0030】

意図された酸化ストロンチウム添加剤を含む上記マグネシウム-シリケート繊維は、少なくとも1,260 またはこれを超える継続的な常用または動作温度における、断熱用途に対して有用である。特定の態様によれば、該酸化ストロンチウムを含むマグネシウム-シリケート繊維は、少なくとも1,400 という継続的な常用または動作温度における、断熱用途に対して有用であり、また該酸化ストロンチウム添加剤を含む該マグネシウム-シリケート繊維は、1,500 またはこれを超える温度に曝露されて初めて溶解することが分かった。

上記無機繊維は、繊維ブロー成形法または繊維紡糸法によって製造し得る。適当な繊維ブロー成形法は、マグネシア、シリカ、酸化ストロンチウム、粘度調整剤、および随意的ジルコニアを含有する出発原料と一緒に混合して、成分の材料混合物(material mixture)を形成する段階、該成分の材料混合物を適当な容器またはコンテナに導入する段階、適当

10

20

30

40

50

なノズルを介して排出するために、該成分の材料混合物を溶融する段階、および溶融された成分の材料混合物からなる排出流に、高压ガスを吹き付けて、その繊維を形成する段階を含む。

適当な繊維紡糸技術は、上記出発原料と一緒に混合して、成分の材料混合物を形成する段階、該成分の材料混合物を適当な容器またはコンテナに導入する段階、スピニングホイール(spinning wheels)上に、適当なノズルを介して排出するために、該成分の材料混合物を溶融する段階を含む。次いで、該溶融流れは、該ホイール上に瀑落し、該ホイールを覆い、かつ求心力によって投げ出され、それによって繊維を形成する。

幾つかの態様において、上記繊維は、原料の融液から、その溶融流れを高压/高速空気のジェットに曝すことにより、あるいは該融液を急速に回転するホイール上に注ぎ、遠心力によって繊維に紡ぐことにより製造される。上記酸化ストロンチウムは、該融液に対する添加剤として与えられ、また該酸化ストロンチウム原料の適当な源が、単純にその適量にて、溶融されている該原料に対して添加される。

【0031】

繊維化される上記原料の一成分としての酸化ストロンチウムの添加は、結果として、使用温度に対する曝露後の、得られる繊維の線収縮率の低下をもたらす。

上記酸化ストロンチウムを担持し含有する化合物に加えて、成分の材料融液(material melt)の粘度は、場合によっては、所望の用途にとって必要な繊維化をもたらすに十分な量の粘度調整剤の存在により制御し得る。該粘度調整剤は、該融液の主成分を供給する上記原料中に存在することができ、あるいは少なくとも幾分かは、別途添加することができる。該原料の所望の粒度は、炉のサイズ(SEF)、注入速度、融液温度、滞留時間等を含む炉内加熱条件によって決定される。

上記繊維は、現存する繊維化技術によって製造することができ、また多数の断熱製品の形状に成形することができ、該製品形状は、バルク繊維、繊維-含有ブランケット、板紙、紙、フェルト、マット、ブロック、モジュール、塗膜、セメント、成形性組成物、ポンプ輸送可能な組成物、パテ、ロープ、編組、芯材、織物(例えば、クロス、テープ、スリーブ、紐、糸等)、減圧注型造形品および複合材を含むが、これらに限定されない。該繊維は、従来の耐火セラミック繊維の代替品として、繊維-含有ブランケット、減圧注型造形品および複合材の製造において使用される従来の材料との組合せで使用し得る。該繊維は、繊維-含有紙およびフェルトの製造において単独で、または他の材料、例えばバインダ等との組合せで使用することができる。

【0032】

上記繊維は、標準的なガラスの炉内加熱法により容易に溶融し、標準的なRCF繊維化装置により繊維化することができ、また疑似体液に対して溶解性である。

上記開示されたマグネシウム-シリケート繊維を含有する断熱材を使用する、物品の絶縁方法も提供される。該物品の絶縁方法は、絶縁すべき該物品の上、その中、その近傍またはその周りに断熱材を堆積させる段階を含み、該断熱材は、意図された酸化ストロンチウム添加剤を含有する該マグネシウム-シリケート繊維を含む。

上記高温耐熱性の無機繊維は、繊維をブロー成型または紡糸するのに適した粘度を持つ融液から容易に製造することができ、生理的流体中で非-持続性であり、その供給温度まで良好な機械的強度を示し、1,400 またはこれを超える温度まで、優れた線収縮率を示し、かつ改善された繊維化のための粘度を示す。

【実施例】

【0033】

以下の実施例は、酸化ストロンチウム添加剤を含む本発明のマグネシウム-シリケート繊維に係る実例となる態様を、より詳しく説明するために、また上記無機繊維を製造し、該繊維を含有する断熱性物品を製造し、および該繊維を断熱材として使用する方法を例証するために述べられる。しかし、これらの実施例は、該繊維、該繊維-含有物品、または該繊維を製造し、または断熱材として使用する方法を、何ら限定するものと解釈されるべきではない。

10

20

30

40

50

【0034】

線収縮率

繊維マットを一揃いのフェルト針を用いてニードリング処理することにより、収縮パッドを製造した。約7.62cm×約12.7cm(3in×5in)のテスト片を、該パッドから切出して、該収縮率テストにおいて使用した。該テストパッドの長さおよび幅を、注意深く測定した。次いで、該テストパッドを、炉内に据え、24時間に渡り、温度を1,400 とした。24時間に渡る加熱後に、該テストパッドを該テスト用炉から取出し、冷却した。冷却後、該テストパッドの長さおよび幅を再度測定した。該テストパッドの線収縮率を、寸法測定の前後で比較することにより決定した。

第二の収縮パッドを、上記第一の収縮パッドについて開示した方法と同様な方法で製造した。しかし、該第二の収縮パッドを、炉内に据え、また24時間に渡り温度を1,260 とした。24時間に渡る加熱の後、該テストパッドを、該テスト用炉から取出し、冷却した。冷却後、該テストパッドの長さおよび幅を再度測定した。該テストパッドの線収縮率を、寸法測定の前後で比較することにより決定した。

【0035】

圧縮回復率

上記無機繊維が、使用温度への曝露後に機械的強度を維持する能力を、圧縮回復率テストによって評価した。圧縮回復率は、所定の使用温度に対する、与えられた期間に渡る無機繊維の曝露に応答する、該繊維の機械的性能の一尺度である。圧縮回復率は、該無機繊維材料から製造したテストパッドを、該選択された期間に渡り、そのテスト温度に対して焼成することにより測定される。その後、該焼成されたテストパッドは、その元の厚みの半分にまで圧縮され、かつ回復させる。該回復の量を、該パッドの圧縮された厚みからの回復の割合として測定する。圧縮回復率を、1,260 の使用温度に24時間曝露、および1,400 の使用温度に24時間曝露した後に測定した。特定の実例となる態様によれば、該無機繊維から製造した該テストパッドは、少なくとも10%という圧縮回復率を示す。

【0036】

繊維の溶解

上記無機繊維は、生理的流体において非-持続性または非-生体内持続性である。生理的流体において「非-持続性」または「非-生体内持続性」との用語により、該無機繊維が、ここに記載されるインビトロテスト中に、このような流体、例えば疑似肺液に対して少なくとも部分的に溶解または分解することを意味する。

【0037】

上記生体内持続性テストは、ヒトの肺において見られる温度および化学的諸条件をシミュレートする条件下で、該繊維から質量が失われる速度($\text{ng}/\text{cm}^2\text{-時}$)を測定する。特に、該繊維は、7.4というpHにおいて疑似肺液(Simulated Lung Fluid)において低い生体内持続性を示す。

疑似肺液における繊維の溶解速度を測定するために、約0.1gの繊維を、37 に温められている疑似肺液を含む50mLの遠心管に配置する。次いで、これを振盪式インキュベータ内に6時間配置し、また100サイクル/分にて攪拌する。該テストの終わりに当たって、該遠心管を遠心処理し、その溶液を60mLのシリンジに注込む。次いで、該溶液を0.45 μm のフィルタに通して、あらゆる粒状物を除去し、誘導結合プラズマ分光分析法(Inductively Coupled Plasma Spectroscopy)による分析を利用して、ガラス成分についてテストする。このテストは、中性近傍のpHを持つ溶液または酸性溶液の何れかを用いて行うことができる。特別な溶解速度の基準は存在しないが、100 $\text{ng}/\text{cm}^2\text{時}$ を超える溶解値を持つ繊維が、非-生体内持続性繊維に係る指標であると考えられる。

以下の表Iは、様々な比較用および本発明の繊維サンプルに関する繊維融液の化学的構成を示す。

【0038】

【表 1】

表I

サンプル	SiO ₂ 質量%	MgO 質量%	Al ₂ O ₃ 質量%	CaO 質量%	Fe ₂ O ₃ 質量%	SrO 質量%
C1	55	0	45	0	0	0
C2	78	20	1.4	0.39	0.17	0
3	77.89	19.61	1.4	0.14	0.12	0.80
4	77.89	19.61	1.4	0.14	0.12	0.80
5	78.24	18.27	1.35	0.14	0.09	1.85
6	78.24	18.27	1.35	0.14	0.09	1.85
7	76.96	19.82	1.3	0.15	0.09	1.16
8	77.69	18.41	1.23	0.18	0.09	2.07
9	77.09	20.26	1.11	0.16	0.08	1.31
10	75.41	20.65	1.06	0.17	0.09	2.68
11	79.8	15.70	1.01	0.21	0.14	2.6

10

【 0 0 3 9 】

以下に表IIは、上記表Iの繊維についての収縮率、圧縮強さ、圧縮回復率、および溶解度に関する結果を示す。

20

【 0 0 4 0 】

【表 2】

表II

	直径 平均 μ m	収縮 率 1260 ℃ %	圧縮強さ 1260℃ kPa(psi)	圧縮回 復率 1260℃ %	収縮 率 1400 ℃	圧縮強さ 1400℃ kPa(psi)	圧縮回 復率 1400℃ %	K ng/cm ² 時
C1		4.7	約80.6(11.7)	49.7	9.9	約108(15.7)	31.1	0
C2		8.5	約56.5(8.2)	15.8	9.2	約22.0(3.2)	3.7	260
3	4.1	4.5	約74.4(10.8)	43.6	4.7	約65.5(9.5)	27.6	1024
4	2.4	10.1	約121(17.5)	45.5	10.3	約79.2(11.5)	33.5	—
5	3.3	6	約99.9(14.5)	53.9	7.1	約35.8(5.2)	20.1	773
6	5.2	6.1	約53.1(7.7)	47.8	5.2	約15.2(2.2)	16.3	—
7	6.3	4.7	約42.7(6.2)	40.2	7	約13.8(2.0)	17.7	924
8	7.8	3	約37.2(5.4)	37.3	4.1	約6.20(0.9)	4.4	596
9	4.15	4.4	約68.2(9.9)	46.8	4.5	約31.0(4.5)	14.4	1068
10	4.48	3.3	約51.7(7.5)	30.6	4.3	約10.3(1.5)	4.5	716
11	4.3	5.6	約69.6(10.1)	32.8	6.4	約17.9(2.6)	6.9	747

30

40

【 0 0 4 1 】

上記表IIにおいて示されたように、酸化ストロンチウム添加剤を含むマグネシウム-シリケート繊維のサンプルは、優れた線収縮率の値を示した。1,260℃において、0.8%の酸化ストロンチウム添加剤を含むマグネシウム-シリケート繊維のサンプルは、改善された収縮率、および耐火セラミック繊維(RCF)と類似する圧縮強さおよび圧縮回復率特性を示す。1,400℃において、0.8%の酸化ストロンチウムを含む該マグネシウム-シリケート繊維は、改善された収縮率およびRCFと類似する圧縮回復率を示す。表IIの本発明の実施例4に

50

関する圧縮率の結果は、実験誤差範囲内にあるものと考えられる。しかし、該RCFは、生理的流体には溶解しない。対照的に、該マグネシウム-シリケート繊維のサンプルは、1024ng/cm²時という速度にて、疑似肺液中に溶解した。

同様に、上記表IIに示されたように、酸化ストロンチウム添加剤を含むマグネシウム-シリケート繊維のサンプルは、ISOFRAX(登録商標)繊維と比較して遜色がない。1,260 において、0.8%の酸化ストロンチウム添加剤を含むマグネシウム-シリケート繊維のサンプルは、ISOFRAX(登録商標)繊維のように、改善された収縮率、改善された圧縮強さ、および改善された圧縮回復率を示す。1,400 において、0.8%の酸化ストロンチウムを含む該マグネシウム-シリケート繊維は、ISOFRAX(登録商標)繊維のように、改善された収縮率、改善された圧縮強さ、および改善された圧縮回復率を示す。更に、0.8%の酸化ストロンチウム添加剤を含む該マグネシウム-シリケート繊維は、該ISOFRAX(登録商標)繊維と同様に、ほぼ4倍溶け易かった(1024ng/cm²時対260ng/cm²時)。

10

【0042】

同様に、1.9%の酸化ストロンチウム添加剤を含むマグネシウム-シリケート繊維のサンプルに係るテストの結果も、上記表IIに示されている。1,260 において、1.9%の酸化ストロンチウム添加剤を含むマグネシウム-シリケート繊維のサンプルは、改善された収縮率、耐火セラミック繊維(RCF)と類似する圧縮強さ、および改善された圧縮回復率(53.9%対49.7%)を示す。1,400 において、1.9%の酸化ストロンチウムを含む該マグネシウム-シリケート繊維は、改善された収縮率およびRCFと似する圧縮回復率特性を示す。該RCFは、疑似肺液に対して溶解しないが、該マグネシウム-シリケート繊維は、疑似肺液に対して773ng/cm²時という溶解度を示す。

20

同様に、ISOFRAX(登録商標)繊維と比較した、1.9%の酸化ストロンチウム添加剤を含むマグネシウム-シリケート繊維のサンプルに関するテスト結果が、上記表IIにおいて示されている。1,260 において、1.9%の酸化ストロンチウム添加剤を含むマグネシウム-シリケート繊維のサンプルは、ISOFRAX(登録商標)繊維と同様に、改善された収縮率、改善された圧縮強さ、および改善された圧縮回復率特性を示す。1,400 において、1.9%の酸化ストロンチウムを含む該マグネシウム-シリケート繊維は、ISOFRAX(登録商標)繊維と同様に、改善された収縮率、改善された圧縮強さ、および改善された圧縮回復率特性を示す。更に、1.9%の酸化ストロンチウム添加剤を含む該マグネシウム-シリケート繊維は、該ISOFRAX(登録商標)繊維と同様に、ほぼ3倍溶け易かった(773ng/cm²時対260ng/cm²時)。

30

【0043】

酸化ストロンチウム添加剤を含む上記マグネシウム-シリケート繊維は、1,400 までの温度に曝露した後に、現在の市販の繊維よりも低い収縮率を示す。酸化ストロンチウム添加剤を含む該マグネシウム-シリケート繊維は、また、現存する市販の繊維と比較した場合に、1,400 までの温度に曝露した後に、等価な、または優れている機械的な諸特性を維持している。

本発明の繊維組成物は、標準的なRCFに比してより低い収縮率、1,260 および1,400 の温度に曝露した後に、圧縮後の全体的なレジリエンスにより測定されるより高い焼成強度を示す。該改善された無機繊維組成物は、ことによれば1,500 までの、より高い温度に対する優れた性能を示すことができる。

40



【0044】

本発明の無機繊維、断熱材、該無機繊維の製法、および該断熱材を用いた物品の絶縁方法を、様々な態様との関連で説明してきたが、その他の類似する態様を利用することができる、改良および付加を、同様な機能を果たすために、該記載された態様に対して行うことができるものと理解すべきである。その上、上記の様々な実例となる態様は、所望の結果を生出すために組み合わせることができる。従って、本発明の無機繊維、断熱材、該無機繊維の製法、および該断熱材を用いた物品の絶縁方法は、任意の単一の態様に限定されるべきではなく、寧ろ添付された特許請求の範囲に記述されている広さおよび範囲に入るものと解釈すべきである。ここに記載された態様は、単なる見本となるものであり、また当業者は、本発明の精神および範囲を逸脱することなしに変更および改良を行うことができ

50

ることが理解されよう。このような変更並びに改良の全ては、上述のような本発明の範囲内に含まれるものと意図されている。更に、開示された全ての態様は、択一的なものではない。というのは、本発明の様々な態様が、所望の結果を生出すように組み合わせることができるからである。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US2014/072018
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C03C 13/06(2006.01)i		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C03C 13/06; C03C 13/04; C03C 13/00; E04B 1/74; C03C 13/02; B32B 5/02; C03C 14/00		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Korean utility models and applications for utility models Japanese utility models and applications for utility models		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) eKOMPASS(KIPO internal) & Keywords: inorganic fiber, silica, strontium oxide, magnesia, shrinkage, mechanical strength, temperature resistant		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 2005-0032620 A1 (ZOITOS, B. K. et al.) 10 February 2005 See abstract; claims 1-46; paragraphs [0030]-[0035], [0040], [0055]-[0056], [0061], [0066], [0069], [0078]-[0079].	1-10
Y	US 2009-0130937 A1 (WAINWRIGHT, R. C. et al.) 21 May 2009 See abstract; claims 1-35; paragraph [0123]; tables 2, 6.	1-10
A	US 2009-0053510 A1 (JUBB, G. A.) 26 February 2009 See abstract; claims 1-25.	1-10
A	US 2010-0093510 A1 (TANAKA, T. et al.) 15 April 2010 See abstract; claims 1-17.	1-10
A	US 2010-0298110 A1 (RICHTER, R. et al.) 25 November 2010 See abstract; claims 1-8.	1-10
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* "A" "E" "L" "O" "P"	Special categories of cited documents: document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance earlier application or patent but published on or after the international filing date document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search 27 March 2015 (27.03.2015)		Date of mailing of the international search report 27 March 2015 (27.03.2015)
Name and mailing address of the ISA/KR  International Application Division Korean Intellectual Property Office 189 Cheongsa-ro, Seo-gu, Daejeon Metropolitan City, 302-701, Republic of Korea Facsimile No. +82 42 472 7140		Authorized officer LEE, Jeong A Telephone No. +82-42-481-8740 

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US2014/072018

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. ☒ Claims Nos.: 11-13
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fees, this Authority did not invite payment of any additional fees.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- ☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/US2014/072018

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2005-0032620 A1	10/02/2005	AU 2004-252157 A1	06/01/2005
		AU 2004-252157 B2	18/09/2008
		BR PI0411750 A	08/08/2006
		CA 2530305 A1	06/01/2005
		CA 2530305 C	29/11/2011
		CN 1842498 A	04/10/2006
		CN 1842498 B	16/06/2010
		EP 1648838 A2	26/04/2006
		EP 1648838 A4	28/07/2010
		HK 1097405 A1	25/03/2011
		JP 2007-524769 A	30/08/2007
		JP 4317218 B2	19/08/2009
		KR 10-0822243 B1	17/04/2008
		KR 10-2006-0028647 A	30/03/2006
		MX PA05014052 A	17/03/2006
		RU 2005140942 A	27/05/2006
		RU 2385846 C2	10/04/2010
		UA 86939 C2	10/06/2009
		US 7468337 B2	23/12/2008
		WO 2005-000971 A2	06/01/2005
		WO 2005-000971 A3	10/03/2005
		ZA 200510387 A	29/11/2006
US 2009-0130937 A1	21/05/2009	AT 476396 T	15/08/2010
		AU 2006-313594 A1	18/05/2007
		AU 2006-313594 A8	18/05/2007
		AU 2006-313594 B2	09/06/2011
		CA 2629102 A1	18/05/2007
		CN 101356129 A	28/01/2009
		CN 101356129 B	17/07/2013
		EP 1945584 A1	23/07/2008
		EP 1945584 B1	04/08/2010
		JP 05-554923 B2	23/07/2014
		JP 2009-515800 A	16/04/2009
		KR 10-1441910 B1	01/10/2014
		KR 10-2008-0066942 A	17/07/2008
		RU 2008123517 A	20/12/2009
		RU 2427546 C2	27/08/2011
		US 8163377 B2	24/04/2012
		WO 2007-054697 A1	18/05/2007
US 2009-0053510 A1	26/02/2009	AT 435840 T	15/07/2009
		DE 602006007704 D1	20/08/2009
		EP 1890977 A1	27/02/2008
		EP 1890977 B1	08/07/2009
		GB 0512112 D0	20/07/2005
		GB 2427191 A	20/12/2006
		GB 2427191 B	27/06/2007
		WO 2006-134315 A1	21/12/2006

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/US2014/072018

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2010-0093510 A1	15/04/2010	CN 101636360 A	27/01/2010
		JP 2008-255002 A	23/10/2008
		KR 10-2009-0120466 A	24/11/2009
		TW 200902462 A	16/01/2009
		WO 2008-111602 A1	18/09/2008
US 2010-0298110 A1	25/11/2010	CN 101743209 A	16/06/2010
		CN 101743209 B	25/06/2014
		DE 102007032391 B3	22/01/2009
		EP 2173676 A1	14/04/2010
		JP 05-489994 B2	14/05/2014
		JP 2010-532743 A	14/10/2010
		RU 2010104874 A	20/08/2011
		RU 2469001 C2	10/12/2012
		US 8093164 B2	10/01/2012
		WO 2009-006882 A1	15/01/2009

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IR,IS,JP,KE,KG,KN,KP,KR,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US

(74)代理人 100093300

弁理士 浅井 賢治

(74)代理人 100119013

弁理士 山崎 一夫

(74)代理人 100123777

弁理士 市川 さつき

(74)代理人 100111796

弁理士 服部 博信

(74)代理人 100196405

弁理士 小松 邦光

(72)発明者 チャオ ドンファイ

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 1 5 0 トナウォンダ パラダイス レーン 1 0 7 ア
パートメント 1 4

(72)発明者 ゾイトス ブルース ケイ

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 2 2 1 ウィリアムズヴィル トリスタン レーン 4 8

(72)発明者 アンドレヤック マイケル ジェイ

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 1 5 0 トナウォンダ コンコード コート 3

(72)発明者 ハミルトン ジェイソン エム

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 0 8 6 ランカスター フェアフィールド アヴェニュー
3 3

F ターム(参考) 3H036 AB15 AB24

4G062	AA05	BB01	DA06	DA07	DB01	DB02	DC01	DC02	DD01	DE01
	DF01	EA01	EB01	EC01	ED04	ED05	EE01	EE02	EF02	EF03
	EG01	FA01	FA10	FB01	FC01	FC02	FC03	FC04	FD01	FE01
	FF01	FG01	FH01	FJ01	FK01	FL01	GA01	GA10	GB01	GC01
	GD01	GE01	HH01	HH03	HH05	HH07	HH09	HH11	HH12	HH13
	HH15	HH17	HH20	JJ01	JJ03	JJ05	JJ07	JJ10	KK01	KK03
	KK05	KK07	KK10	MM16	MM23	NN31	NN33	NN40		
4L037	CS23	CS24	UA07							