



MINISTERIE VAN ECONOMISCHE ZAKEN

PUBLIKATIENUMMER : 1009073A7

INDIENINGSNUMMER : 09500932

Internat. klassif. : C03C

Datum van verlening : 05 November 1996

De Minister van Economische Zaken,

Gelet op het verdrag van Parijs van 20 Maart 1883 tot bescherming van de industriële eigendom;

Gelet op de wet van 28 Maart 1984 op de uitvindingsoctrooien
inzonderheid artikel 22;

Gelet op het Koninklijk Besluit van 2 December 1986, betreffende het aanvragen, verlenen en in stand houden van uitvindingsoctrooien, inzonderheid artikel 28;

Gelet op het proces-verbaal opgesteld door de Dienst voor Industriële Eigendom op 08 November 1995 te 24u00

BESLUIT :

ARTIKEL 1.- Er wordt toegekend aan : ROCKWOOL INTERNATIONAL A/S
Hovedgaden 501, DK-2640 HEDEHUSENE(DENEMARKEN)

vertegenwoordigd door : KONINGS Lucien, OCTROOIBUREAU ARNOLD & SIEDSMA B.V.B.A.,
Hamoirlaan, 21a - B 1180 BRUSSEL.

een uitvindingsoctrooi voor de duur van 6 jaar, onder voorbehoud van de betaling van de jaartaksen voor : KUNSTMATIGE GLASVEZELS.

VOORRANG(EN) 08.11.94 GB GBA 9422468 23.11.94 GB GBA 9424126 23.11.94 GB GBA 942412
13.01.95 GB GBA 9500667

ARTIKEL 2.- Dit octrooi is toegekend zonder voorafgaand onderzoek van zijn octrooieerbaarheid, zonder waarborg voor zijn waarde of van de juistheid van de beschrijving der uitvinding en op eigen risico van de aanvrager(s).

Brussel, 05 November 1996
BII SPECIALE MAGHTIGING :

F. DUMONT DE CHASSART

SECRETARIS

KUNSTMATIGE GLASVEZELS

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op kunstmatige glasvezels (KGV) die duurzaam zijn in het gebruik, maar die biologisch van voordeel blijken te zijn.

KGV vezels worden gemaakt van een gesmolten
05 glasmassa, zoals steen, slakken, glas of andere minerale smeltmassa's. De smeltmassa wordt gevormd door het in een oven smelten van een mineraal mengsel met de gewenste analyse. Dit mengsel wordt in het algemeen gevormd door stenen of mineralen te combineren om de gewenste analyse
10 te verschaffen. Het mineraalmengsel heeft vaak een analyse, zoals oxyden, die ten minste 32% SiO_2 , minder dan 30% Al_2O_3 en ten minste 10% CaO bevat. De elementaire analyses in de specificatie zijn per gewicht en berekend als oxyden. Het ijzeroxyde kan een mengsel van FeO en Fe_2O_3 zijn,
15 maar wordt hierin als FeO gequoteerd.

Een doeltreffende en kostenbesparende vorming van de smeltmassa in de oven en van de vezels komende van de smeltmassa vereist, dat het mengsel een geschikte smelttemperatuur moet hebben evenals een geschikte visco-
20 siteit tijdens het vezelvormproces. Deze vereisten beperken de keuze van het te smelten mengsel.

Alhoewel er geen wetenschappelijk bewijs is geleverd, dat er een gezondheidsrisico zou verbonden zijn aan de vervaardiging en het gebruik van KG vezels hebben
25 commerciële belangen ertoe geleid dat producenten KG vezels verschaffen die de vereiste fysische eigenschappen van de KG vezels behouden (bijvoorbeeld duurzaamheid bij hoge temperaturen en bij hoge vochtigheid) maar waarvan ook een verhoogde biologische veiligheid kan worden aange-
30 toond.

Dit aantonen van een verhoogde biologische veiligheid gebeurt gewoonlijk op basis van een in vitro test die de oplosingsgraad of het afbreken van de vezels onderzoekt in een vloeistof, die de longvloeistof moet
35 nabootsen, zoals de Gamble oplossing met pH 7,4 tot 7,8.

Een gevolg van een verhoogde oplosingsgraad bij pH 7,5 is, dat de vezels normaal gezien een verminderde weerstand tegen vocht zullen hebben.

Vele octrooiaanvragen zijn gepubliceerd die
05 vezels beschrijven die verhoogde oplosingsgraden bieden tijdens zo'n in vitro test, zoals WO87/05007, WO89/12032, EP 412878, EP 459897, WO92/09536, WO93/22251, en WO94/14-717.

Een kenmerk van vele van deze octrooiaanvragen,
10 en van vezels die aantonen dat zij een verhoogde oplosingsgraad hebben in dergelijke in vitro tests, is dat de vezels minder aluminium moeten bevatten. Zo is bijvoorbeeld aangegeven in WO87/05007 dat het gehalte aan Al_2O_3 lager dan 10% moet zijn. Het aluminiumgehalte van steenwol
15 en slakkenwol ligt gewoonlijk tussen de 5 en de 15 gewichtsprocenten (gemeten als Al_2O_3) en vele van deze vezels waarvan aangetoond is dat zij biologisch geschikt zijn, hebben een aluminiumgehalte van onder de 4%, en dikwijls van onder de 2%. Het is bekend in deze mengsels
20 met een laag Al_2O_3 -gehalte zwavel toe te voegen, teneinde de oplosingsgraad te verhogen bij deze pH 7,5 oplosingsgraad test.

Een probleem bij vele van deze vezels met een laag gehalte aan Al_2O_3 (plus de onzekerheid dat deze
25 inderdaad beter biologisch geschikt zijn) is dat de smelteigenschappen niet volledig bevredigend zijn voor de vervaardiging in een inrichting voor het conventioneel of aangepast aan het gemakkelijk smelten en vormen van vezels. De smeltviscositeit bij geschikte temperaturen voor
30 het vormen van vezels kan bijvoorbeeld nogal laag zijn. Een ander probleem is, dat de hoge oplosingsgraad van pH 7,5 de neiging kan vertonen om in vochtige toestand tot een verminderde duurzaamheid te leiden, hetgeen na de installatie kan worden ervaren.

35 Naast de in vitro tests werd ook nog in vivo onderzoek uitgevoerd. Oberdörster in VDI Berichte 853, 1991, bladzijden 17 tot 37 toonde bijvoorbeeld aan dat

twee basismechanismen betrokken zijn bij het uit de longen halen van vezels, namelijk het oplossen in de naaste neutrale longvloeistof en het oplossen in de zure omgeving (behouden op pH 4,5 tot 5) die rond de vezels wordt gecreëerd die omgeven zijn door macrophagen in de long. Men neemt aan dat macrophagen het verwijderen van de vezels uit de long bevorderen door het bevorderen van het plaatselijk oplossen van het omgeven vezelgebied hetgeen leidt tot het verzwakken en breken van de vezels teneinde de gemiddelde vezellengte te verminderen, waarbij aan macrophagen de mogelijkheid wordt geboden om de kortere vezels te overspoelen en uit de long te transporteren. Dit mechanisme is geïllustreerd in het artikel van Morimoto et al in Occup. Environ. Med 1994, 51, 62-67 en vooral in figuren 3 en 7 en in de artikels van Luoto et al in Environmental Research 66 (1994) 198-207 en Staub-Reinhardtung der Luft 52 (1992) 419-423.

Traditionele glasvezels en vele KGV vezels, waarvan geclaimd wordt dat zij een hoger oplossingsgraad hebben in longvloeistof (bij pH 7,5) hebben een slechtere oplossing bij pH 4,5 dan bij pH 7,5 en aldus zou een aanval door macrophagen niet betekenisvol bijdragen tot het verkorten en het uiteindelijk verwijderen van de vezels uit de long.

Bestaande KGV vezels die gevormd worden van steen, slakken en andere betrekkelijk hoge alkaline aardmengsels kunnen een hogere oplossingsgraad hebben bij 4,5 dan bij pH 7,5, maar zij hebben de neiging om een lage smeltviscositeit te hebben. Bestaande vezels waarvan beweerd wordt dat zij biologisch aanvaardbaar zijn, hebben geen bevredigende combinatie van oplossingsgraad bij pH 4,5 met smelteigenschappen. Vezels die in het algemeen verkozen worden op basis van in vitro tests, hebben de neiging een lage smeltviscositeit te hebben, wanneer zij het vereiste lage aluminiumgehalte hebben. Het is onvermijdelijk, dat de lage smeltviscositeit de productie-efficiency verlaagt in vergelijking met de normale productie.

Het zou wenselijk zijn KGV vezels te verschaffen die in de long biologisch afbreekbaar zijn, die smelteigenschappen hebben, die een normale en een hoge productie-efficiency toelaten en die kunnen gemaakt worden van goedkoop ruw materiaal. Bij voorkeur hebben zij een goede weersbestendigheid, wanneer zij worden blootgesteld aan de gebruikelijke vochtigheidscondities.

Als vezels met een bevredigende biologische oplosbaarheid, gebruiken wij volgens de uitvinding vezels met een oplossingsgraad die gemeten bij pH 4 tot 5 van ten minste 20 nm per dag hebben en die gevormd worden van een mengsel met een smeltviscositeit bij 1.400 °C van 10-70 poise. De oplossingsgraad bij pH 4,5 kan bijvoorbeeld ten minste 30 of zelfs ten minste 50 nm of meer per dag zijn.

De combinatie van de smeltviscositeit en de oplosbaarheid bij pH 4,5 betekent dat wij een smeltmassa kunnen gebruiken die geschikt is om tot vezels te worden gevormd volgens conventionele technieken en dat wij vezels kunnen vervaardigen die biologisch oplosbaar zijn bij pH 4,5. Het is nieuw vezels te formuleren of te kiezen volgens deze combinatie, en vele van dergelijke vezels hebben een nieuwe samenstelling.

In een voorkeursaspect volgens de uitvinding bepalen wij de smeltviscositeit en de vezeloplossingsgraad bij een pH tussen 4-5 van één of meerdere samenstellingen, kiezen wij een samenstelling die bij 1400 °C een smeltviscositeit van 10 tot 70 poise heeft en vezels verschaft die een oplossingsgraad hebben bij pH 4,5 van ten minste 20 nm per dag en die een analyse heeft, die gemeten is als gewicht van oxyden, omvattende

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

andere elementen 0 tot 15%
en wij maken vezels van deze samenstelling.

Het is verwonderlijk mogelijk om volgens de uitvinding vezels te verschaffen die een goede oplossings-
05 graad hebben bij pH 4,5, waarbij het uit de longen verwijderen ervan door macrophagen (dus het bevorderen van echte bioafbreekbaarheid) wordt vergemakkelijkt, zelfs al kunnen de vezels een lage of een gemiddelde oplossingsgraad bij pH 7.5 hebben. Dit maakt het behoud mogelijk van een goede
10 stabiliteit onder vochtige condities (zonder verlies van bioafbreekbaarheid). De vezels kunnen redelijke conventionele smelteigenschappen bezitten, zoals smelttemperatuur, kristalisatiegraad en smeltviscositeit. De vezels kunnen gevormd worden door gebruik te maken van goedkope ruwe
15 materialen.

Een ander voordeel van de vezels is, dat wanneer zij worden blootgesteld aan vocht en gecondenseerd water, de oplossing die zo gevormd wordt omvattende oplosprodukten, een verhoogde pH waarde heeft, maar de vezels kunnen
20 een verminderde oplosbaarheid hebben bij een verhoogde pH waarde, en aldus kunnen zij minder oplossen en kunnen zij een hogere duurzaamheid hebben.

De uitvinding omvat breed gezien alle KGV produkten die gemaakt worden van een samenstelling met een
25 smeltviscositeit bij 1.400 °C van 10-70 poise en waarbij het vervaardigen, het promoten en het verkopen of het gebruik het meten vereist van, of waarbij verwijzing is gemaakt naar het meten van de oplosbaarheid bij ongeveer een pH 4,5 (bijvoorbeeld 4 tot 5) en/of in de omgeving van
30 macrophagen in de long onafhankelijk van het feit of de oplossingsgraad gemeten is tijdens het eigenlijke produceren van dergelijke produkten. De vezels hebben bij voorkeur een analyse zoals hierboven aangeduid.

De uitvinding omvat het gebruik van de aange-
35 geven samenstelling om het verwijderen van KG vezels uit de menselijke longen te verwijderen. De uitvinding omvat eveneens het gebruik van de aangegeven vezels om de moge-

lijkheid te verschaffen om uit de menselijke longen te worden uitgestoten.

De uitvinding omvat KGV produkten, onder andere KG vezels, die gemaakt zijn van de samenstelling die
05 gekozen werd om de aangegeven oplosbaarheid te verschaffen. Het omvat bijvoorbeeld het meten de PH 4-5 oplosbaarheid en de smeltviscositeit van één of meerdere samenstellingen en het selecteren van een gedeeltelijke of een gehele samenstelling op basis van het observeren van de
10 smeltviscositeit en de oplossingswaarde bij pH 4-5, en het gebruiken van samenstellingen die dezelfde, of in hoofdzaak dezelfde analyse hebben voor het maken van KGV produkten. Afwijkingen in de analyse moeten klein genoeg zijn, opdat zij de pH 4-5 oplosbaarheid niet aanzienlijk
15 veranderen. Bij het uitvoeren van de metingen voor het mogelijk maken van een selectie, kan de oplosbaarheid bepaald worden bij elke pH waarde (gewoonlijk in het gebied tussen 4 en 5), die correspondeert met de pH van 4,5 en de smeltviscositeit kan bepaald worden hetzij door
20 het afleiden van gegevens hetzij door het meten en/of het berekenen, bij elke willekeurige temperatuur (gewoonlijk gelegen tussen 1.370 en 1.450 °C) die een waarde verschaft die correspondeert met de waarde bij 1.400 °C.

Het selecteren van de samenstelling hoeft niet
25 uitgevoerd te worden op dezelfde plaats of op ongeveer hetzelfde tijdstip als het uitvoeren van de commerciële vervaardiging die gebruik maakt van de geselecteerde samenstelling. Aldus kan een producent testen uitvoeren, of anderen sponsoren om testen uit te voeren, om de oplos-
30 baarheid te bepalen en de informatie van deze testen gebruiken als een gedeelte van de basis voor het selecteren van de samenstelling, die gebruikt wordt voor het commercieel maken van vezels.

De uitvinding omvat produkten die de vermelde
35 analyse en smeltviscositeit hebben en die gemerkt of verkocht worden met de bepaalde oplossingsgraad bij pH 4-5. De uitvinding omvat verpakkingen die KG vezels omvatten

en die een merkteken dragen of die verkocht worden met vermelding, met de verwijzing naar oplosbaarheid bij pH in de orde grootte van 4-5 of in de omgeving van macrophagen of die verwijzen naar een testmethode die dergelijke oplosbaarheid meten.

De uitvinding omvat nieuwe KGV producten. Deze omvatten KGV groeibodems voor tuinbouw en vezelversteving waarin de vezels zijn zoals aangeduid volgens de uitvinding.

10 Een soort nieuwe vezels zijn vezels met de boven aangeduide oplosbaarheid, smeltviscositeit en samenstellingsanalyse, met uitzondering dat het gehalte aan Al_2O_3 ten minste 18% bedraagt. Andere bruikbare vezels hebben een gehalte aan Al_2O_3 van boven de 16%. Dikwijls ligt dit 15 boven 19 of 20%, bijvoorbeeld tot 26 of zelfs 28%. Bij vezels met een gehalte aan Al_2O_3 van boven de 16% is het gecombineerde gehalte aan alkali ($\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$) gewoonlijk ten minste 1% en liefst ten minste 2%, tot 7% of 10% of meer. Het alkaligehalte ligt gewoonlijk onder de 5% en bij 20 voorkeur onder de 3% wanneer het gehalte aan Al_2O_3 boven de 16% ligt. Deze vezels kunnen een goede weerstand tegen vuur evenals andere mechanische eigenschappen hebben. Wanneer deze eigenschappen van minder belang zijn, kunnen vezels verkregen worden met een bruikbare pH 4,5 oplos- 25 baarheid met gehalten aan Al_2O_3 die lager zijn dan 16% en gehalten aan $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ die hoger liggen dan 6 of 7%, bijvoorbeeld 8 tot 12%, gewoonlijk 8-10%.

Een ander soort nieuwe vezels zijn vezels die bij voorkeur de hierboven aangehaalde oplosbaarheid en 30 smeltviscositeit hebben en die de boven aangehaalde algemene analyse hebben, met uitzondering dat het alkaligehalte ($\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$) boven de 6% ligt en het gehalte aan Al_2O_3 gewoonlijk 12-18% is, en vaak niet meer dan 16%, bij voorkeur 13-16%. De samenstelling omvat vaak 0,5-4% TiO_2 , 35 gewoonlijk 1-2% TiO_2 . De alkali wordt gewoonlijk verschaft door ten minste 5% en vaak ten minste 7% Na_2O . Het totale gehalte aan alkali ($\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$) is bij voorkeur 8-12%,

vaak 8-10%.

Het is mogelijk elementaire analyses te selecteren die gelegen zijn binnen de hierboven aangeduide algemene waarden, teneinde de bepaalde samenstelling van smeltviscositeit en oplossingsgraad bij pH 4,5 te verkrijgen. Ook is het eenvoudig mogelijk de samenstelling zodanig te selecteren, dat de samenstelling en de vezels zich aanpassen aan andere gewenste eigenschappen, zoals smelttemperatuur en sintertemperatuur.

10 Indien bijvoorbeeld ontdekt wordt dat bij 1.400 °C de viscositeit van een bepaalde smeltmassa te hoog is, kan deze verlaagd worden door het verlagen van het totale gehalte aan $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$. Op dezelfde wijze kan de smeltviscositeit, indien deze te laag is, verhoogd worden door 15 het doen toenemen van het totale gehalte aan $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$, gewoonlijk binnen het gebied van 55 tot 75%, vaak 60 tot 75%, of door het doen toenemen van het alkali-oxydegehalte. Op dezelfde wijze kan het mogelijk zijn de viscositeit te verlagen door het doen afnemen van het totale gehalte 20 aan alkaline aardmetaaloxyside-elementen en FeO.

Indien de oplossingsgraad bij pH 4,5 te laag is, kan deze worden verhoogd door het doen dalen van het SiO gehalte, maar het kan dan noodzakelijk zijn het gehalte aan Al_2O_3 te doen stijgen (en/of een element als P_2O_5 toe 25 te voegen) teneinde de smelteigenschappen te behouden.

Het gehalte aan SiO_2 is gewoonlijk ten minste 34% en bij voorkeur ten minste 35%. Het is gewoonlijk gelegen onder de 47% en bij voorkeur onder de 45% en is vaak 38-42%. Gehalten van 42 tot 47% verdienen echter vaak 30 de voorkeur wanneer het gehalte aan Al_2O_3 niet meer dan 16% bedraagt.

Het gehalte aan Al_2O_3 is gewoonlijk ten minste 12% en bij voorkeur ten minste 13%. Wanneer het alkaligehalte betrekkelijk laag is, kan een goede oplosbaarheid 35 bij pH 4,5 worden verkregen met gehalten aan Al_2O_3 van boven de 16 of 17%, vooral ten minste 18%, maar bij voorkeur ten minste 20% en vaak ten minste 24%. Het ligt

gewoonlijk onder de 28% en bij voorkeur onder de 26%. Gehalten van 20-23% verdienen vaak de voorkeur. Wanneer het alkaligehalte echter betrekkelijk hoog ligt (bijvoorbeeld ten minste 7% $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$) kan een goede oplosbaarheid bij pH 4,5 worden verkregen met gehalten aan Al_2O_3 van beneden de 16%, bijvoorbeeld 13-15%.

Het samengestelde gehalte van $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ is gewoonlijk 55 tot 75%, gewoonlijk ten minste 56% en bij voorkeur ten minste 57%. In voorkeursprodukten ligt het vaak boven de 60%, meer bij voorkeur ten minste 61 of 62%. Gewoonlijk ligt het onder de 70% of 68% en bij voorkeur onder de 65%. Indien het gehalte aan Al_2O_3 niet meer dan 16% bedraagt, bedraagt het gehalte aan $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ vaak 56-60%.

15 Het gehalte aan CaO bedraagt gewoonlijk ten minste 14% en bij voorkeur ten minste 18%. Het ligt gewoonlijk onder de 28% en bij voorkeur onder de 25%. Gehalten van 14-20% verdienen vaak de voorkeur.

Het gehalte aan MgO bedraagt gewoonlijk 5%, bij 20 voorkeur ten minste 6% en meer bij voorkeur ten minste 8%. Het ligt gewoonlijk onder de 15%, bij voorkeur onder de 11%. Indien het gehalte aan Al_2O_3 niet meer dan 16% bedraagt, is het gehalte bij voorkeur 5-11%.

Bij voorkeur is $\text{CaO} + \text{MgO} + \text{FeO}$ 25 tot 40%. Het 25 gehalte aan FeO bedraagt gewoonlijk ten minste 3% en bij voorkeur ten minste 5%. Het ligt gewoonlijk beneden de 12%, bij voorkeur beneden de 10% en meer bij voorkeur beneden de 8%. Gehalten van 5-7% verdienen vaak de voorkeur.

30 De samenstelling omvat vaak TiO_2 met een gehalte van tot 3 of 4%, gewoonlijk tot 2%. Het gehalte aan TiO_2 bedraagt gewoonlijk ten minste 0,2%, vaak ten minste 0,5 of 1%.

Een variëteit van andere elementen kan in de 35 samenstelling aanwezig zijn in elke willekeurige proportie die niet van de gewenste eigenschappen afwijkt. Voorbeelden van andere elementen die aanwezig kunnen zijn, zijn

P_2O_5 , B_2O_3 , BaO , ZrO_2 , MnO , ZnO en V_2O_5 .

Vaak is het wenselijk bijvoorbeeld P_2O_5 en/of B_2O_3 op te nemen om de smelteigenschappen of de oplosbaarheid bij te sturen. Het totale gehalte aan P_2O_5 en B_2O_3 05 bedraagt gewoonlijk niet meer dan 10%. Het gehalte aan P_2O_5 is gewoonlijk meer dan het gehalte aan B_2O_3 en bedraagt gewoonlijk ten minste 1% or 2%. B_2O_3 is vaak afwezig. Bij voorkeur is er 1 to 8%, gewoonlijk 1 tot 5%, aan P_2O_5 en 0 tot 5% B_2O_3 (vaak 1 tot 4% B_2O_3).

10 Het totale gehalte van deze verschillende andere elementen ligt gewoonlijk onder de 15% en vaak onder de 10% of 8%. Elk van de andere aanwezige elementen is gewoonlijk aanwezig in een gehalte van niet meer dan 2%, behalve dan P_2O_5 en/of B_2O_3 die kunnen aanwezig zijn in 15 hogere proporties zoals hierboven is aangehaald.

De smeltmassa kan normale kristallisatie-eigenschappen hebben, maar indien het gewenst is de kristallisatie te beperken, kan dit gebeuren door magnesium in een tamelijk geringe mate toe te voegen, bijvoorbeeld 2 tot 6% 20 MgO .

Indien het gewenst is vezels te verschaffen met een verbeterde weerstand tegen vuur, wordt gewoonlijk gewenst het gehalte aan FeO op te voeren, dat dan bij voorkeur ten minste 6% bedraagt, bijvoorkeur tot 8% of 25 hoger, bijvoorbeeld 10%, en het MgO gehalte dient dan ten minste 8% te bedragen.

De samenstellingsanalyse is bij voorkeur zodanig, dat de vezels een oplossingsgraad hebben bij pH 4,5 van ten minste 25, en bij voorkeur ten minste 40, nm per 30 dag. Het is wenselijk dat de oplossingsgraad zo hoog mogelijk ligt (samengaand met het behoud van geschikte vocht- en warmte weerstandseigenschappen), maar gewoonlijk dient deze niet boven de 150 of 100 nm per dag te liggen en zij ligt gewoonlijk onder de 80 nm per dag.

35 Alhoewel een hoge oplossingsgraad bij pH 7,5 als een gewenste eigenschap werd voorgesteld (als een aanduiding van aangetoonde bioafbreekbaarheid), is dit eigenlijk

een niet gewenste eigenschap daar het een aanduiding is van slechte weerbestendigheid bij blootstelling aan vochtigheid. Oplossing in de longen bij pH 7,5 is niet alleen noodzakelijk opdat de vezels bioafbreekbaar zouden zijn.

05 Bij voorkeur hebben de vezels een oplossingsgraad in Gambles oplossing bij pH 7,5 van beneden 25, en meer bij voorkeur beneden 15, nm per dag.

De viscositeit van de samenstelling bij 1400 °C bedraagt gewoonlijk ten minste 12 of 15 poise en bedraagt 10 bij voorkeur ten minste 18 poise. Alhoewel zij zo hoog kan liggen als bijvoorbeeld 60 poise, ligt zij gewoonlijk onder de 40 poise en bedraagt zij bij voorkeur niet meer dan 30 poise.

Indien het gewenst is dat de vezels een goede 15 weerstand tegen vuur hebben, is de analyse bij voorkeur zo dat de sintertemperatuur ten minste 800 °C bedraagt en bij voorkeur ten minste 1000 °C.

De smelttemperatuur bedraagt gewoonlijk ten minste 1200 °C maar vaak ten minste 1240 °C. Zij kan 20 bijvoorbeeld oplopen tot 1400 °C maar bedraagt bij voorkeur niet meer dan 1340 °C.

Een voordeel van het gebruik van de gematigde aluminiumsmeltmassa's die bepaald zijn om gebruikt te worden bij de uitvinding, is dat deze de invoer toelaat in 25 de samenstelling van onmiddellijk beschikbare materialen met een gematigde inhoud aan aluminium zoals stenen, zand en afval. Daarom beperkt dit de noodzaak om dure materialen met veel aluminium te gebruiken, zoals bauxite of lookin en vermindert tegelijkertijd de noodzaak tot het 30 gebruik van dure materialen met zeer weinig aluminium, zoals silica zand of olivine zand, ijzeroer, enz. Typische, onmiddellijk beschikbare, alumina materialen die gebruikt kunnen worden als een deel of als het geheel van de samenstelling omvatten anorthosit en fonoliet en 35 gabbros.

De samenstelling wordt op typische wijze gevormd door het mengen van de juiste gehalten van natuurlijke

steen- en zandmaterialen, zoals anorthosiet, gabbros, lijmsteen, dolomiet, diabasis, apatiet, borium-omvattende materialen, en afvalmaterialen zoals minerale wolafval, aluminasilicaten, slakken, gieterijzand, filterstof, 05 vlieggas en bodemas.

De samenstelling kan op de conventionele manier omgezet worden in een smeltmassa, bijvoorbeeld in een gasoven of in een elektrische oven of in een koepeloven. Een voordeel van de uitvinding is dan de samenstelling 10 gemakkelijk een betrekkelijk lage smelttemperatuur kan hebben (terwijl zij bij 1400 °C een geschikte viscositeit behoudt) en dit houdt de hoeveelheid energie die voor het vormen van deze smeltmassa vereist is, zo laag mogelijk.

De smeltmassa kan op de conventionele manier 15 omgezet worden in vezels, bijvoorbeeld door een rotatiekomproces of door een cascaderotorproces, zoals bijvoorbeeld beschreven in W092/06047.

De vezels volgens de uitvinding kunnen elke geschikte vezeldiameter en vezellengte hebben.

20 In deze uitvinding wordt de oplossingsgraad bepaald door gebruikmaking van het volgende testprotocol.

300 mg vezels worden in polyethyleenflessen aangebracht die 500 ml van een gewijzigde Gamble-oplossing bevatten (dat wil zeggen met samenstellende elementen), 25 die respectievelijk to 7,5 of 4,5 pH worden aangepast. Een maal per dag wordt het pH nagekeken en indien nodig aangepast door middel van HCl.

De testen worden gedurende een periode van een week uitgevoerd. De flessen worden in een waterbad van 30 37°C bewaard en tweemaal per dag heftig geschud. Na één dag en na vier dagen worden stalen van de oplossing genomen en voor Si geanalyseerd op een atomische absorptie Perker-Elmer spectrofotometer.

De gewijzigde Gamble-oplossing heeft de volgende 35 samenstelling:

	<u>g/l</u>
MgCl ₂ ·6H ₂ O	0,212
NaCl	7,120
CaCl ₂ ·2H ₂ O	0,029
Na ₂ SO ₄	0,079
05 Na ₂ HPO ₄	0,148
NaHCO ₃	1,950
(Na ₂ -tartraat)·2H ₂ O	0,180
(Na ₃ -citraat)·2H ₂ O	0,152
90% melkzuur	0,156
10 Clysine	0,118
Na-pyruvaat	0,172
Formaline	1 ml

De verdeling van de vezeldiameter wordt bepaald voor elk monster door het meten van de diameter van ten minste 200 individuele vezels door middel van een interceptmethode en een aftastende electronenmicroscop of optische microscoop (1000 X vergroot). De metingen worden gebruikt voor het berekenen van het specifieke oppervlak van de vezelstalen, rekening houdende met de dichtheid van de vezels.

Gebaseerd op de oplossing van SiO₂ (netwerkoplossing) werd de specifieke opgeloste dikte berekend en werd de oplossingsgraad bepaald (nm/dag). De berekeningen zijn gebaseerd op het SiO₂ gehalte in de vezels, het specifieke oppervlak en het opgeloste Si gehalte.

In deze specificatie wordt de sintertemperatuur bepaald door het volgende testprotocol.

Een monster (5 X 5 X 7,5 cm) van mineraalwol die gemaakt is van de te testen vezelsamenstelling wordt geplaatst in een tot op 700°C voorverwarmde oven. Na een blootstelling gedurende 1,5 uur worden het krimpen en het sinteren van het monster gecontroleerd. Deze werkwijze wordt telkens met een nieuw monster herhaald en bij een oventemperatuur die telkens 50 °C hoger ligt dan de voorgaande oventemperatuur, totdat de maximale oventemperatuur, waarbij geen sintering of geen bovenmatige inkrim-

ping van het monster meer optreedt, wordt bereikt.

In deze specificatie wordt de viscositeit in poise berekend bij 1400 °C volgens Bottinga en Weill, American Journal of Science Volume 272, mei 1972, bladzijde 455-475.

Hierna volgen voorbeelden van de uitvinding.

Samenstellingen werden gevormd door geschikte proporties ruw materiaal te mengen, zoals getoond is in de tabel en elk werd gesmolten in een kroesoven en omgezet in vezels door de cascaderotatietechniek. De smeltviscositeit en de oplosbaarheid van elk werd bepaald. De analyses van de samenstellingen en hun eigenschappen worden aangegeven in de onderstaande tabellen. Volgens de uitvinding wordt elke samenstelling A tot X geschikt geacht en geselecteerd voor de volgende produktie van KGV produkten, die gekenmerkt worden als goed biologisch oplosbaar. Die met een viscositeit boven 20 en een pH 4,5 oplosbaarheid boven 30 verdienen de voorkeur.

Produkt 1 staat gelijk met commercieel slakkenwol en biedt een lage viscositeit. Produkt 2 is een produkt met een hoog aluminiumgehalte, maar de eigenschappen van al de componenten zijn zodanig dat de smeltviscositeit te hoog is voor een geschikt spinnen. Produkt 3 komt overeen met een conventioneel steenwolprodukt met de eigenschappen van een normaal goed produkt, maar heeft een zeer lage oplossingsgraad bij pH 4,5. Bijgevolg zijn produkten 1, 2 en 3 niet geselecteerd om gebruikt te worden bij de vervaardiging van biologisch oplosbare KG vezelprodukten.

vezel typen	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	TiO ₂ %	FeO %	CaO %	MgO %	MnO %	K ₂ O %	som	oplos graad pH 7,5 (st) nm/dag	oplos graad pH 7,5 (st) nm/dag	oplos graad pH 4,5 (st) nm/dag	inter temp °C
A	34,5	28,0	1,0	3,3	25,4	5,6	0,6	0,8	100	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	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	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	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	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	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	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	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	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	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	30,3	2,6	41,1	>800
L	39,6	24,1	1,8	1,2	21,7	6,7	1,6	0,8	100	30,8	5,7	49	>800
M	43,8	20,4	1,2	10,3	15,6	8,3	0,2	0,3	100	21,9	3,9	19,7	>1000
N	42,9	23,2	0,7	8,8	17,5	5,1	0,6	1,4	100	36,8	-	45,9	>900
O	43,1	19,9	1,6	10,1	15,0	9,3	0,6	0,4	100	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	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	19,4	7,1	51,1	>1000
R	45,4	14,5	1,6	5,6	15,3	7,2	9,0	0,9	100	39,9	3,1	48,1	>800
S	45,3	17,5	1,1	5,7	20,3	7,8	1,7	0,6	100	25,9	1,8	48,6	>800
T	43,1	14,0	0,7	0,5	34,3	5,2	0,7	1,5	100	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	29,2	5,2	48,0	
V	42,9	16,6	1,7	6,4	16,8	9,6	5,2	0,8	100	25,3	3,1	21,9	
W	38,9	16,4	1,4	8,4	20,0	7,9	6,4	0,6	100	20,2	9,5	33,0	
X	42,5	16,4	1,7	5,8	21,1	6,3	5,4	0,8	100	27,1	4,1	32,9	
1	42,7	8,6	0,3	0,4	36,9	9,4	0,7	0,3	100	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	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	23,7	2,0	3,0	>1000

5

10

15

20

25

30

De geselecteerde vezels kunnen op elke van de conventionele manieren voor KGV vezels verschaft worden. Aldus kunnen zij worden verschaft als een produkt bestaande uit losse, ongebonden vezels. Het is meer gewoon dat 05 zij verschaft worden met een bindmiddel, bijvoorbeeld als gevolg van het vormen van de vezels en het onderling verbinden ervan op conventionele manier. Gewoonlijk wordt het produkt samengevoegd als een plaat, een blad of een voorwerp met een andere vorm.

10 Produkten volgens de uitvinding kunnen gevormd worden voor elk van de conventionele doeleinden van KGV vezels, bijvoorbeeld platen, bladen, buizen of produkten met een andere vorm die moeten dienen als thermische isolatie, vuurisolatie en bescherming of lawaaiverminde- 15 ring en regeling, of in geschikte vormen voor het gebruik bij teeltbodems in de tuinbouw, of als vrije vezels voor het wapenen van cement, plastic of andere produkten of als vulmiddel.

CONCLUSIES

1. Een werkwijze voor het maken van kunstmatige glasvezel produkten, omvattende het vormen van één of meerder minerale smeltmassa's en het vormen van vezels van de of elke smeltmassa, **met het kenmerk dat** de smeltviscositeit en de vezeloplossingsgraad bij een pH in een gebied van 4-5 bepaald worden voor de samenstelling of voor elke samenstelling,

een samenstelling wordt geselecteerd die bij 1400 °C een viscositeit van 10 tot 70 poise heeft en vezels verschaft met een oplossingsgraad van ten minste 20 nm per dag, wanneer gemeten wordt bij een pH van 4,5, en die omvat, als oxydegewicht,

	SiO ₂	32 tot 48%
	Al ₂ O ₃	10 tot 30%
15	CaO	10 tot 30%
	MgO	2 tot 20%
	FeO	2 tot 15%
	Na ₂ O + K ₂ O	0 tot 12%
	TiO ₂	0 tot 6%
20	andere elementen	0 tot 15%

en dat de geselecteerde samenstelling wordt gebruikt voor het maken van de kunstmatige glasvezels.

2. Gebruik als biologisch aanvaardbare kunstmatige glasvezels die gevormd worden van een samenstelling die , als oxydegewicht, omvat

	SiO ₂	32 tot 48%
	Al ₂ O ₃	10 tot 30%
	CaO	10 tot 30%
	MgO	2 tot 20%
30	FeO	2 tot 15%
	Na ₂ O + K ₂ O	0 tot 12%

TiO ₂	0 tot 6%
andere elementen	0 tot 15%

en de samenstelling bij 1400 °C een viscositeit van 10 tot 70 poise heeft,

05 en de vezels een oplossingsgraad van ten minste 20nm per dag gemeten bij een pH van 4,5 hebben.

3. Een verpakking omvattende een kunstmatig glasvezelprodukt, waarbij de vezels zijn gevormd van een samenstelling met een analyse, als oxyden, omvattende

10 SiO ₂	32 tot 48%
Al ₂ O ₃	10 tot 30%
CaO	10 tot 30%
MgO	2 tot 20%
FeO	2 tot 15%
15 Na ₂ O + K ₂ O	0 tot 12%
TiO ₂	0 tot 6%
andere elementen	0 tot 15%

en de samenstelling bij 1400 °C een viscositeit van 10 tot 70 poise heeft,

20 en de vezels bij pH 4,5 een oplossingsgraad van ten minste 20nm per dag hebben,

en de verpakking een label of inzetelement omvat of in verband wordt gebracht met vermelding, verwijzende naar oplosbaarheid bij pH 4 tot 5 en/of in omgeving die 25 gecreëerd wordt door macrophagen in longvloeistof.

4. De uitvinding volgens één van de voorgaande conclusies, waarbij de oplossingsgraad bij pH 4,5 25 tot 100 nm, bij voorkeur 40 tot 80 nm, per dag bedraagt.

5. De uitvinding volgens één van de voorgaande 30 conclusies, waarbij de samenstelling bij 1400 °C een viscositeit van 18 tot 40 poise heeft.

6. De uitvinding volgens één van de voorgaande conclusies, waarbij de vezels bij pH 7,5 een oplossingsgraad beneden ten minste 15 nm per dag hebben.

35 7. De uitvinding volgens één van de voorgaande conclusies, waarbij de vezels een sintertemperatuur van ten minste 1000 °C hebben.

8. De uitvinding volgens één van de voorgaande conclusies, waarbij de samenstelling een smelttemperatuur van 1240 tot 1340 °C verschaft.

9. De uitvinding volgens één van de voorgaande conclusies, waarbij $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ niet meer dan 10% bedraagt.

10. De uitvinding volgens één van de voorgaande conclusies, waarbij het gehalte aan Al_2O_3 18-30%, $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ 60-75%, FeO 2-12%, $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ 0-7%, TiO_2 0-4% en andere elementen 0-8% bedraagt.

11. De uitvinding volgens één van de conclusies 1 tot 9, waarbij het gehalte aan Al_2O_3 lager is dan 19%.

12. Een produkt omvattende kunstmatige glasvezels die gevormd zijn van een samenstelling met een analyse, als oxyden, die omvat:

15 SiO_2	32 tot 48%
Al_2O_3	10 tot 18%
CaO	10 tot 30%
MgO	2 tot 20%
FeO	2 tot 15%
20 $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$	6 tot 12%
TiO_2	0 tot 6%
andere elementen	0 tot 15%

en de samenstelling bij 1400°C een viscositeit van 10 tot 70 poise heeft,

25 en de vezels bij pH 4,5 een oplossingsgraad van ten minste 20 nm per dag hebben.

13. De uitvinding van conclusie 12, waarbij het gehalte aan Al_2O_3 13 tot 18% en $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ ten minste 6% bedraagt.
