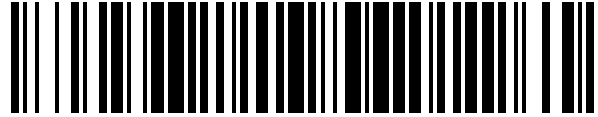


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **1 290 829**

21 Número de solicitud: 202132053

51 Int. Cl.:

C03C 13/00 (2006.01)
C03C 13/06 (2006.01)
C04B 35/01 (2006.01)

12

SOLICITUD DE MODELO DE UTILIDAD

U

22 Fecha de presentación:

21.10.2021

30 Prioridad:

23.10.2020 GB2016878

13.11.2020 GB2017916

05.03.2021 GB2103109

30.06.2021 GB2109436

30.06.2021 GB2109437

43 Fecha de publicación de la solicitud:

20.05.2022

71 Solicitantes:

THERMAL CERAMICS UK LIMITED (100.0%)
Tebay Road, Bromborough
CH62 3PH Wirral GB

72 Inventor/es:

MODARRESIFAR, Farid

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

54 Título: **Fibras inorgánicas para aislamiento térmico**

ES 1 290 829 U

DESCRIPCIÓN

Fibras inorgánicas para aislamiento térmico

5 CAMPO DE LA INVENCION

La presente divulgación se refiere a aislamiento térmico que comprende composiciones de fibra inorgánica biosoluble y, más particularmente, materiales de aislamiento que comprenden dicha fibra. La divulgación también se refiere al uso de dicha fibra a temperaturas de hasta 1200 °C y superiores.

10

ANTECEDENTES

La industria de los materiales de aislamiento ha determinado que, en aplicaciones de aislamiento térmico, eléctrico y acústico, es deseable utilizar fibras que no persistan en los fluidos fisiológicos. Es decir, composiciones de fibra que se consideren de baja biopersistencia (es decir, biosolubles) en fluidos fisiológicos.

15

Aunque se han propuesto materiales de silicato candidatos, el límite de temperatura de uso de estos materiales no ha sido suficientemente alto para dar cabida a muchas de las aplicaciones en las que se aplican fibras resistentes a altas temperaturas. Por ejemplo, tales fibras biosolubles exhiben alta contracción a las temperaturas de uso y/o resistencia mecánica reducida cuando se exponen a temperaturas de uso que varían de 1000 °C a 1500 °C, en comparación con el rendimiento de las fibras cerámicas refractarias.

20

Las fibras resistentes a alta temperatura deberían exhibir una contracción mínima a las temperaturas de exposición esperadas, y después de exposición prolongada o continua a las temperaturas de uso esperadas, para proporcionar una protección térmica eficaz al artículo que aíslan. Además de biosolubilidad y resistencia a alta temperatura, las fibras deberían poseer bajo diámetro y bajo contenido no fibroso en los materiales de aislamiento resultantes para tener baja densidad y baja conductividad térmica. La multitud de requisitos no termina ahí, siendo necesario también que las fibras no sean reactivas con los demás materiales del sistema de aislamiento del que forman parte.

25

En 1987, Manville Corporation desarrolló fibras resistentes a alta temperatura biosolubles basadas en química de silicato de calcio magnesio (documento de Patente US5.714.421). Tal material no solo tiene una mayor capacidad de temperatura que las lanas de vidrio tradicionales, sino que también tiene mayor solubilidad en los fluidos corporales que las fibras de aluminosilicato usadas principalmente para aislamiento de alta temperatura. El documento de Patente US5.714.421 enseña la necesidad de combinar sílice, óxido de calcio y óxido de magnesio con una diversidad de otros aditivos de óxido metálico para obtener la combinación deseada de propiedades y forma de fibra.

30

Aunque existen numerosos ejemplos comerciales de fibras resistentes a alta temperatura biosolubles que proceden de sistemas de óxido de magnesio, óxido de calcio y sílice, aún existe la necesidad de fibras resistentes a alta temperatura biosolubles mejoradas y materiales de aislamiento de las mismas.

35

El documento de Solicitud Internacional WO 87/05007 desvela fibras inorgánicas que consisten esencialmente en SiO₂, CaO con intervalos especificados de MgO y Al₂O₃, que se obtienen a partir de óxidos metálicos en lugar de materias primas secundarias con composición variable. Se observó que los niveles inferiores de Al₂O₃ daban como resultado sorprendentemente un alto nivel de biosolubilidad.

40

El documento de Solicitud Internacional WO 94/15883 desvela fibras de CaO/MgO/SiO₂ con contenidos adicionales de Al₂O₃, ZrO₂, y TiO₂, para las que se investigaron solubilidad salina y refractariedad. El documento indica que la solubilidad salina pareció aumentar con cantidades crecientes de MgO, mientras que ZrO₂ y Al₂O₃ fueron perjudiciales para la solubilidad. La presencia de TiO₂ (0,71-0,74 % en moles) y Al₂O₃ (0,51-0,55 % en moles) condujo a que las fibras no cumplieran el criterio de contracción de un 3,5 % o menos a 1260 °C. El documento indica además que las fibras con contenido demasiado elevado en SiO₂ son difíciles o imposibles de formar, y cita fibras que tienen un 70,04, 73,09, 73,28 y 78,07 % en peso de SiO₂ como ejemplos de composiciones que no se pudieron convertir en fibra.

45

El documento de Patente US6.953.757 desvela una composición de fibra de alto contenido de sílice inorgánica que comprende principalmente sílice, óxido de calcio, óxido de magnesio y dióxido de circonio y opcionalmente modificadores de viscosidad, tales como alúmina y trióxido de diboro, para permitir la conversión en fibra del producto.

50

El documento de Patente JP2003003335 desvela fibras inorgánicas que comprenden sílice y óxido de calcio que, para evitar la precipitación de cristobalita en las fibras, se calientan a 1000 °C o más. Para evitar la precipitación de cristobalita, se reducen los niveles de Na₂O, K₂O, TiO₂, Fe₂O₃ y MgO o no se añaden, con óxido de calcio y sílice de alta pureza usados como materias primas.

55

El documento de Patente US2004/254056 reivindicó fibras de CaO/SiO₂ que comprenden una cantidad mayor o igual que un 72 % en peso de SiO₂, o para que la suma SiO₂+ZrO₂+B₂O₃+5*P₂O₅ sea mayor de un 72 % en peso. Tales fibras tienen una baja propensión a reaccionar con ladrillos de aluminosilicato mientras que las fibras con un contenido inferior de SiO₂+ZrO₂+B₂O₃+5*P₂O₅ tendieron a reaccionar adversamente con ladrillos de aluminosilicato.

60

5 A pesar de los avances en el campo, aún existe la necesidad de una composición de fibra simplificada que no dependa de una diversidad de aditivos para obtener la combinación requerida de propiedades y forma de fibra. También existe la necesidad de una composición de fibra simplificada que no dependa de materias primas de alta impureza en su producción, aumentando los procesos de purificación usados a menudo para producir tales materias primas de alta pureza la huella de carbono de las fibras inorgánicas resultantes.

SUMARIO DE LA DIVULGACIÓN

10 El solicitante ha descubierto que, a diferencia de la sabiduría recibida en el campo de las fibras de silicato alcalinotérreo refractario, pueden producirse fibras refractarias con alta utilidad sin la adición de cantidades significativas de aditivos, tales como modificadores de viscosidad, potenciadores de solubilidad o refractariedad, a un sistema SiO₂-CaO, en un intervalo compositivo especificado.

15 De acuerdo con primer aspecto de la presente divulgación, se proporcionan fibras inorgánicas que tienen una composición que comprende:

20 61,0 a 70,8 % en peso de SiO₂;
27,0 a 38,9 % en peso de CaO;
0,10 a 2,0 % en peso de MgO; y
opcionalmente otros componentes que proporcionan el resto hasta un 100 % en peso,

25 en donde la suma de SiO₂ y CaO es mayor o igual que un 97,8 % en peso y en donde los demás componentes, cuando están presentes, comprenden no más de un 0,80 % en peso de Al₂O₃.

También puede usarse la siguiente expresión alternativa para definir el primer aspecto de la presente divulgación, teniendo las fibras inorgánicas una composición que comprende:

30 61,0 a 70,8 % en peso de SiO₂;
SiO₂ + CaO es mayor o igual que un 97,8 % en peso.
0,10 a 2,0 % en peso de MgO; y
opcionalmente otros componentes que proporcionan el resto hasta un 100 % en peso,

35 en donde los demás componentes, cuando están presentes, comprenden no más de un 0,80 % en peso de Al₂O₃.

40 Se ha descubierto que existe una estrecha ventana compositiva en la que una pequeña cantidad de MgO inhibe inesperadamente la formación de granos de cristalita de gran superficie a temperaturas elevadas, mientras que no afecta significativamente al rendimiento a alta temperatura de las fibras. Los granos de cristalita de gran superficie en las fibras pueden dar como resultado la creación de puntos de estrés que afectan adversamente a las propiedades mecánicas de las fibras a altas temperaturas. Por tanto, es deseable minimizar el tamaño de las fases de cristalita superficiales formadas a altas temperaturas cuando las fibras están en uso.

45 La suma de SiO₂ y CaO puede ser mayor o igual que un 97,9 % en peso o mayor o igual que un 98,0 % en peso o mayor o igual que un 98,1 % en peso o mayor o igual que un 98,2 % en peso o mayor o igual que un 98,3 % en peso o mayor o igual que un 98,4 % en peso o mayor o igual que un 98,5 % en peso o mayor o igual que un 98,6 % en peso o mayor o igual que un 98,7 % en peso o mayor o igual que un 98,8 % en peso o mayor o igual que un 98,9 % en peso o mayor o igual que un 99,0 % en peso o mayor o igual que un 99,1 % en peso o mayor o igual que un 99,2 % en peso o mayor o igual que un 99,3 % en peso o mayor o igual que un 99,4 % en peso o mayor o igual que un 99,5 % en peso. Se piensa que la mayor proporción de SiO₂ y CaO (y la menor proporción de los demás componentes) reduce la propensión de formación de cristalita superficial a altas temperaturas. El límite superior de pureza probablemente se ve limitado por el coste y disponibilidad de materias primas, en particular materias primas con una huella de carbono relativamente baja (por ejemplo, materiales que no han sido purificados químicamente o procesados de otro modo). El límite superior de la suma de SiO₂ y CaO también puede estar limitado por la capacidad para fabricar fibras inorgánicas, en particular con diámetro de fibra fino (por ejemplo, < 6 µm y/o menos de un 52 % en peso de material no fibroso (< 45 µm)).

50 En algunas realizaciones, la cantidad de MgO se configura para inhibir la formación de granos de cristalita superficiales tras tratamiento térmico a 1100 °C durante 24 horas, en donde dichos granos de cristalita superficiales comprenden un tamaño medio de cristalita en el intervalo de 0,0 a 0,90 µm.

60 Además de la presencia de una pequeña cantidad de MgO, el intervalo compositivo objetivo también puede restringirse en la cantidad de otros componentes, tales como aditivos o impurezas incidentales. En particular, son deseables las limitaciones de la cantidad de alúmina, dióxido de titanio y óxidos de metales alcalinos para evitar la promoción de grandes granos de cristalita.

65 En algunas realizaciones, la cantidad de otros componentes se configura para inhibir la formación de granos de

crystalita superficiales tras tratamiento térmico a 1100 °C durante 24 horas, en donde dichos granos de crystalita superficiales comprenden un tamaño medio de crystalita en el intervalo de 0,0 a 0,90 µm.

5 Las fibras inorgánicas después de tratamiento térmico a 1100 °C durante 24 horas pueden comprender granos de crystalita superficiales con un tamaño medio de crystalita de 0,90 µm o menos; o 0,80 µm o menos; o 0,70 µm o menos; o 0,60 µm o menos; o 0,50 µm o menos; o menos de 0,40 µm. Preferentemente, no hay ningún grano de crystalita superficial (es decir, tamaño de crystalita = 0,0 µm) o ningún grano de crystalita superficial detectable.

10 La cantidad de MgO y/o otros componentes puede configurarse también de modo que una preforma fundida al vacío de las fibras tenga una contracción de un 3,5 % o menos cuando se expone a 1200 °C o 1300 °C durante 24 h.

En algunas realizaciones, la composición de fibra se configura para comprender propiedades de inhibición de grano de crystalita a altas temperaturas así como poseer propiedades de baja contracción.

15 La cantidad de otros componentes es no más de un 2,1 % en peso y puede ser no más de un 2,0 % en peso o no más de un 1,9 % en peso o no más de un 1,8 % en peso o no más de un 1,7 % en peso o no más de un 1,6 % en peso o no más de un 1,5 % en peso o no más de un 1,4 % en peso o no más de un 1,3 % en peso o no más de un 1,2 % en peso o no más de un 1,1 % en peso o no más de un 1,0 % en peso o no más de un 0,9 % en peso o no más de un 0,8 % en peso o no más de un 0,7 % en peso o no más de un 0,6 % en peso. Los mayores niveles de otros componentes pueden afectar adversamente al rendimiento a alta temperatura de las fibras. Al poder utilizar materias primas con mayores niveles de impurezas, pero dentro de los intervalos prescritos, puede obtenerse mayor utilización de recursos naturales sin la necesidad de procesamiento adicional, incluyendo purificación química. Los otros componentes comprenden habitualmente al menos un 0,2 % en peso o al menos un 0,3 % en peso o al menos un 0,4 % en peso o al menos un 0,5 % en peso de la composición de fibra inorgánica. Aunque es posible el uso de materias primas más puras, es probable que vaya acompañado de aumento de huella de carbono y coste debido la necesidad de procesos de purificación adicionales. Además, estos otros componentes, que pueden incluir impurezas incidentales, se piensa que ayudan a la conversión en fibra de la composición.

30 En algunas realizaciones, puede incluirse una pequeña cantidad de aditivos para ajustar las propiedades de las fibras. La adición de aditivo puede ser mayor de un 0,0 % en peso o mayor de un 0,10 % en peso o mayor de un 0,20 % en peso o mayor de un 0,30 % en peso. La adición de aditivo puede ser menos de un 2,0 % en peso o menos de un 1,7 % en peso o menos de un 1,5 % en peso o menos de un 1,4 % en peso o menos de un 1,3 % en peso o menos de un 1,1 % en peso o menos de un 1,2 % en peso o menos de un 1,0 % en peso o menos de un 0,9 % en peso o menos de un 0,8 % en peso o menos de un 0,7 % en peso o menos de un 0,6 % en peso o menos de un 0,5 % en peso o menos de un 0,4 % en peso o menos de un 0,3 % en peso o menos de un 0,2 % en peso de la composición de fibra inorgánica.

40 Los aditivos pueden ser uno o más metales en forma de óxido o no óxido, incluyendo, pero sin limitarse a, bromuros, cloruros, fluoruros, fosfatos, nitratos, nitritos, óxidos, carbonatos y/o sulfatos. Los metales pueden incluir, por ejemplo, metales alcalinos, metales de transición de metales alcalinotérreos, metales de postransición y lantánidos. Para los fines de la presente descripción, el metal también puede incluir metaloides.

En algunas realizaciones, los aditivos se añaden con el fin de uno o más de:

45

- ayudar en la conversión en fibra (modificadores de viscosidad de fusión);
- mejorar el rendimiento a alta temperatura;
- facilitar la formación de diámetros de fibra más finos mientras se mantiene la biosolubilidad requerida y las características de uso a alta temperatura.

50 Los aditivos pueden incluir óxidos o no óxidos (por ejemplo, fluoruros) de uno o más elementos de la serie de lantánidos (por ejemplo, La, Ce), Li, Na, K, Sr, Ba, Cr, Fe, Zn, Y, Zr, Hf; Ca, B, P o combinaciones de los mismos. En otra realización, los otros componentes comprenden uno o más óxidos o no óxidos de lantánidos, Sr, Ba, Cr, Zr o combinaciones de los mismos. La composición de la fibra puede incluir de un 0,05 a un 1,0 % en peso de aditivos o de un 0,10 a un 0,80 % en peso o de un 0,15 a un 0,60 % en peso de aditivos. Los aditivos se obtienen preferentemente de depósitos minerales naturales. La adición de modificadores de viscosidad es particularmente ventajosa cuando se añade a composiciones de fibra con un contenido de SiO₂ mayor de un 66,0 % en peso o 67,0 % en peso o 68,0 % en peso o 69,0 % en peso.

60 Se ha descubierto que dentro de esta ventana compositiva, las fibras biosolubles resistentes a alta temperatura se pueden moldear por fusión. Además, cuando la composición de fibra es de un 65,7 % en peso o mayor de SiO₂, se ha demostrado que la fibra tampoco es reactiva en presencia de materiales basados en alúmina a alta temperatura. Se ha demostrado que otros formadores de redes (por ejemplo, ZrO₂) tienen una sustituibilidad con SiO₂ y, como tal, se espera que las composiciones de fibra de un 65,7 % en peso o más de la suma de SiO₂ + ZrO₂ no sean reactivas en presencia de materiales basados en alúmina a alta temperatura.

65 En algunas realizaciones, las fibras inorgánicas no son reactivas cuando están en contacto con una composición de

- 5 alúmina (como mullita) a 1200 °C durante 24 horas. Las composiciones de alúmina incluyen preferentemente composiciones con al menos un 20 % en peso de Al_2O_3 o al menos un 30 % en peso de Al_2O_3 o al menos un 40 % en peso de Al_2O_3 o al menos un 50 % en peso de Al_2O_3 . Sin embargo, los beneficios de este mayor contenido de sílice aún pueden existir a niveles más bajos de contenido de alúmina, dependiendo de la atmósfera, temperatura y duración de exposición.
- 10 En algunas realizaciones, los otros componentes comprenden o consisten en impurezas incidentales en las materias primas usadas para fabricar las fibras inorgánicas, incluyendo ceniza de carbón, cuando se usa carbón como fuente de energía para fundir en el material precursor de fibra inorgánica, tal como arena de sílice y cal.
- 15 En algunas realizaciones, la principal impureza de la cal comprende óxido de magnesio. Otras impurezas pueden incluir alúmina, óxido de hierro y óxidos de metales alcalinos, tales como K_2O y Na_2O .
- 20 En alguna realizaciones, la suma de SiO_2 y CaO y MgO es mayor o igual que un 98,5 % en peso o mayor o igual que un 98,8 % en peso o mayor o igual que un 99,0 % en peso o mayor o igual que un 99,1 % en peso o mayor o igual que un 99,2 % en peso o mayor o igual que un 99,3 % en peso o mayor o igual que un 99,4 % en peso o mayor o igual que un 99,5 % en peso de la composición de fibra.
- 25 En algunas realizaciones, la composición de fibra inorgánica comprende menos de un 1,7 % en peso de MgO o menos de un 1,5 % en peso de MgO o menos de un 1,2 % en peso o menos de un 1,0 % en peso de MgO o menos de un 0,90 % en peso o menos de un 0,88 % en peso o menos de un 0,85 % en peso o menos de un 0,82 % en peso o menos de un 0,80 % en peso o menos de un 0,75 % en peso o menos de un 0,70 % en peso o menos de un 0,60 % en peso de MgO o menos de un 0,50 % en peso o menos de un 0,45 % en peso de MgO derivado de las impurezas incidentales. Se descubierto que los mayores contenidos de MgO afectan perjudicialmente a la estabilidad térmica de las fibras a 1200 °C o 1300 °C. La composición comprende preferentemente al menos un 0,11 % en peso o al menos un 0,12 % en peso o al menos un 0,14 % en peso o al menos un 0,16 % en peso o al menos un 0,18 % en peso o al menos un 0,20 % en peso de MgO .
- 30 En algunas realizaciones, la suma de $\text{SiO}_2 + \text{CaO} + \text{MgO} + \text{Al}_2\text{O}_3$ es mayor o igual que un 99,3 % en peso o mayor o igual que un 99,4 % en peso o mayor o igual que un 99,5 % en peso o mayor o igual que un 99,6 % en peso o mayor o igual que un 99,7 % en peso de la composición de fibra inorgánica.
- 35 Preferentemente, la composición de fibra inorgánica comprende menos de un 0,80 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,79 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,78 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,77 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,76 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,75 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,74 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,73 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,72 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,71 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,70 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,69 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,68 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,67 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,66 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,65 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,64 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,63 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,62 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,61 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,60 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,55 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,50 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,45 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,40 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,35 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,30 % en peso de Al_2O_3 o menos de un 0,25 % en peso de Al_2O_3 , derivado preferentemente de impurezas incidentales. La cantidad de Al_2O_3 es habitualmente un 0,0 % en peso o mayor. En la composición actual de SiO_2 - CaO , se ha descubierto que mayores niveles de Al_2O_3 afectan adversamente a la biosolubilidad y estabilidad térmica de las fibras inorgánicas, además de promover crecimiento de cristalita a temperaturas elevadas.
- 45 En otra realización, la suma de MgO y Al_2O_3 en las fibras inorgánicas es no más de un 2,0 % en peso o no más de un 1,80 % en peso o no más de un 1,50 % en peso o no más de un 1,20 % en peso o no más de un 1,10 % en peso o no más de un 1,00 % en peso o no más de un 0,90 % en peso o no más de un 0,80 % en peso o no más de un 0,70 % en peso o no más de un 0,60 % en peso.
- 50 En otras realizaciones, una preforma fundida al vacío de la fibra inorgánica tiene una composición configurada para obtener una contracción de un 8,0 % o menos, 7,0 % o menos, 6,0 % o menos, 5,0 % o menos, 4,5 % o menos, 4,0 % o menos, 3,0 % o menos, 2,5 % o menos, o 2,0 % o menos cuando se expone a 1200 °C durante 24 horas. En otra realización, una preforma fundida al vacío de la fibra inorgánica tiene una composición configurada para obtener una contracción de un 8,0 % o menos, 7,0 % o menos, 6,0 % o menos, 5,0 % o menos, 4,5 % o menos, 4,0 % o menos, 3,0 % o menos, 2,5 % o menos, o 2,0 % menos cuando se expone a 1300 °C durante 24 horas.
- 60 La temperatura de fusión de las fibras inorgánicas es preferentemente al menos 1350 °C o al menos 1380 °C o al menos 1400 °C o al menos 1420 °C.
- 65 Para ayudar a la conversión en fibra, particularmente en ausencia de aditivos, el contenido de SiO_2 de la composición de fibra inorgánica es preferentemente menos de un 70,7 % en peso o menos de un 70,6 % en peso o menos de un 70,5 % en peso o menos de un 70,4 % en peso o menos de un 70,2 % en peso o menos de un 70,0 % en peso o menos de un 69,8 % en peso o menos de un 69,6 % en peso. menos de un 69,4 % en peso o menos de un 69,2 % en

5 peso o menos de un 69,0 % en peso o menos de un 68,8 % en peso o menos de un 68,5 % en peso o menos de un 68,3 % en peso o menos de un 68,1 % en peso o menos de un 68,0 % en peso. Para ayudar a la resiliencia a alta temperatura y minimizar la reactividad con sustratos que contienen alúmina, el contenido de SiO₂ de la composición de fibra inorgánica es preferentemente al menos un 61,1 % en peso o al menos un 61,2 % en peso o al menos un 62,3 % en peso o al menos un 62,4 % en peso o al menos un 62,5 % en peso o al menos un 62,6 % en peso al menos un 62,7 % en peso o al menos un 62,8 % en peso o al menos un 62,9 % en peso o al menos un 63,0 % en peso o al menos un 63,5 % en peso o al menos un 64,0 % en peso o al menos un 64,5 % en peso o al menos un 65,0 % en peso o al menos un 65,7 % en peso o al menos un 65,8 % en peso o al menos un 66,0 % en peso o al menos un 66,2 % en peso o al menos un 66,4 % en peso o al menos un 66,6 % en peso o al menos un 66,8 % en peso o al menos un 67,0 % en peso o al menos un 67,2 % en peso o al menos un 67,4 % en peso.

15 El contenido de CaO de la composición de fibra inorgánica varía preferentemente en correspondencia, con el límite inferior de CaO preferentemente al menos un 27,0 % en peso o al menos un 27,2 % en peso al menos un 27,5 % en peso o al menos un 28,0 % en peso o al menos un 28,5 % en peso o al menos un 29,0 % en peso o al menos un 29,5 % en peso o al menos un 30,0 % en peso. El límite superior del contenido de CaO de la composición de fibra inorgánica es preferentemente no más de un 38,5 % en peso o no más de un 38,0 % en peso o no más de un 37,5 % en peso o no más de un 37,0 % en peso o no más de un 36,5 % en peso o no más de un 36,0 % en peso o no más de un 35,5 % en peso o no más de un 35,0 % en peso o no más de un 34,5 % en peso o no más de un 34,0 % en peso o no más de un 33,5 % en peso o no más de un 33,0 % en peso o no más de un 32,5 % en peso o no más de un 32,0 % en peso.

25 El contenido de MgO de la composición de fibra inorgánica comprende preferentemente en el intervalo de un 0,1 a un 1,7 % en peso de MgO; o 0,11 % en peso a 1,50 % en peso de MgO; o 0,12 % en peso a 0,1.30 % en peso; o 0,1 a 1,0 % en peso de MgO; o 0,11 % en peso a 0,90 % en peso de MgO; o 0,12 % en peso a 0,85 % en peso de MgO; o 0,13 % en peso a 0,80 % en peso de MgO o 0,14 % en peso a 0,75 % en peso de MgO; o 0,17 % en peso a 0,72 % en peso de MgO; o 0,15 % en peso a 0,70 % en peso de MgO; o 0,15 % en peso a 0,65 % en peso de MgO; o 0,17 % en peso a 0,60 % en peso de MgO; o 0,18 % en peso a 0,50 % en peso de MgO; o 0,19 % en peso a 0,45 % en peso de MgO; o 0,20 % en peso a 0,40 % en peso de MgO.

30 En una realización, los otros componentes comprenden:

- 0 o 0,01 a 0,8 % en peso de Al₂O₃ o 0,10 a 0,60 % en peso de Al₂O₃ o 0,20 a 0,55 % en peso de Al₂O₃ o 0,23 a 0,50 % en peso de Al₂O₃ o 0,24 a 0,45 % en peso de Al₂O₃ o 0,25 a 0,40 % en peso de Al₂O₃ o 0,25 a 0,35 % en peso de Al₂O₃;
- 35 • 0 a 0,50 % en peso de óxidos de metal alcalino o 0,01 a 0,45 % en peso de óxidos de metal alcalino o 0,03 a 0,40 % en peso de óxidos de metal alcalino o 0,04 a 0,35 % en peso de óxidos de metal alcalino o 0,05 a 0,30 % en peso de óxidos de metal alcalino o 0,06 a 0,25 % en peso de óxidos de metal alcalino o 0,07 a 0,20 % en peso de óxidos de metal alcalino o 0,08 a 0,18 % en peso de óxidos de metal alcalino;
- 40 • 0 a 1,0 % en peso de TiO₂ o 0,05 a 0,8 % en peso de TiO₂ o 0,10 a 0,6 % en peso de TiO₂ o 0,15 a 0,4 % en peso de TiO₂ o 0 a 0,2 % en peso de TiO₂; o
- 0 a 1,0 % en peso de ZrO₂ o 0,05 a 0,8 % en peso de ZrO₂ o 0,10 a 0,6 % en peso de ZrO₂ o 0,15 a 0,4 % en peso de ZrO₂ o 0 a 0,2 % en peso de ZrO₂;

45 En algunas realizaciones, al menos un 80 % en peso de los óxidos de metal alcalino comprende Na₂O o K₂O.

En una realización, el intervalo de otras impurezas incidentales en la fibra inorgánica es:

50 BaO: 0 a 0,05 % en peso o >0 a 0,01 % en peso
 B₂O₃: 0 a 0,1 % en peso o >0 a 0,05 % en peso
 Cr₂O₃: 0 a 0,08 % en peso o >0 a 0,03 % en peso
 Fe₂O₃: 0 a 0,25 % en peso o >0 a 0,15 % en peso
 HfO₂: 0 a 0,05 % en peso o >0 a 0,01 % en peso
 La₂O₃: 0 a 0,1 % en peso o >0 a 0,03 % en peso
 55 Mn₃O₄: 0 a 0,05 % en peso o >0 a 0,01 % en peso
 Li₂O: 0 a 0,15 % en peso o >0 a 0,08 % en peso
 Na₂O: 0 a 0,15 % en peso o >0 a 0,08 % en peso
 K₂O: 0 a 0,5 % en peso o >0 a 0,20 % en peso
 P₂O₅: 0 a 0,05 % en peso o >0 a 0,01 % en peso
 SrO: 0 a 0,08 % en peso o >0 a 0,03 % en peso
 60 TiO₂: 0 a 0,08 % en peso o >0 a 0,03 % en peso
 V₂O₅: 0 a 0,05 % en peso o >0 a 0,01 % en peso
 SnO₂: 0 a 0,05 % en peso o >0 a 0,01 % en peso
 ZnO: 0 a 0,05 % en peso o >0 a 0,01 % en peso
 ZrO₂: 0 a 0,1 % en peso o >0 a 0,02 % en peso

65

- 5 La suma de $\text{BaO} + \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{HfO}_2 + \text{La}_2\text{O}_3 + \text{Mn}_3\text{O}_4 + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} + \text{P}_2\text{O}_5 + \text{SrO} + \text{SnO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{V}_2\text{O}_5 + \text{ZrO}_2 + \text{ZnO}$ es preferentemente menos de un 2,0 % en peso o menos de un 1,8 % en peso o menos de un 1,6 % en peso o menos de un 1,4 % en peso o menos de un 1,2 % en peso o menos de un 1,0 % en peso o menos de un 0,8 % en peso o menos de un 0,6 % en peso o menos de un 0,5 % en peso o menos de un 0,4 % en peso o menos de un 0,3 % en peso o menos de un 0,25 % en peso o menos de un 0,2 % en peso del peso total de las fibras inorgánicas. La suma de $\text{BaO} + \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{HfO}_2 + \text{La}_2\text{O}_3 + \text{Mn}_3\text{O}_4 + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} + \text{P}_2\text{O}_5 + \text{SrO} + \text{SnO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{V}_2\text{O}_5 + \text{ZrO}_2 + \text{ZnO}$ es habitualmente al menos un 0,10 % en peso o al menos un 0,20 % en peso o al menos un 0,30 % en peso del peso total de las fibras inorgánicas.
- 10 En una realización, el nivel de sílice de las fibras inorgánicas se configura para inhibir la reactividad de las fibras inorgánicas, de modo que las fibras inorgánicas sean no reactivas con mullita cuando están en contacto a 1200 °C durante 24 horas.
- 15 En otra realización, las fibras inorgánicas tienen una composición que comprende:
 65,7 a 70,8 % en peso de SiO_2 ;
 27,0 a 32,3 % en peso de CaO ;
 0,10 a 2,0 % en peso de MgO ; y
 opcionalmente otros componentes que proporcionan el resto hasta un 100 % en peso,
- 20 en donde la suma de SiO_2 y CaO es mayor igual que un 97,8 % en peso y en donde los otros componentes, cuando están presentes, comprenden no más de un 0,80 de Al_2O_3 .
- 25 Las fibras de esta realización son particularmente adecuadas para sistemas de aislamiento en los que las fibras inorgánicas se configuran para estar en contacto con un componente refractario que comprende alúmina, tal como mullita.
- En otra realización, las fibras inorgánicas tienen una composición que comprende:
- 30 66,0 a 69,0 % en peso o (65,7 a 69,0 % en peso) de SiO_2 o la suma de $\text{SiO}_2 + \text{ZrO}_2$;
 30,0 a 34,0 % en peso de CaO o (30,0 a 34,2 % en peso) de CaO ;
 0,10 a 0,45 % en peso (o 0,1 a 0,45 % en peso; o 0,1 a 0,60 % en peso) de MgO
 0 a 0,35 % en peso (o 0,1 a 0,35 % en peso; o 0 a 0,45 % en peso; o 0 a 0,60 % en peso) de Al_2O_3
 0 a 0,20 % en peso (o 0,05 a 0,18 % en peso) de óxidos de metal alcalino y
- 35 en donde la suma de SiO_2 y CaO es mayor o igual que un 99,0 % en peso.
- 40 En algunas realizaciones, el diámetro de fibra media numérica (o media aritmética) es menos de 6,0 μm o menos de 5,0 μm o menos de 4,5 μm o menos de 4,0 μm o menos de 3,5 μm o menos de 3,3 μm o menos de 3,0 μm o menos de 2,8 μm o menos de 2,5 μm . El diámetro de fibra media numérica mínimo es habitualmente al menos 1,5 μm o al menos 2,0 μm para permitir que las fibras tengan suficiente resistencia mecánica en uso.
- 45 En algunas realizaciones, el contenido no fibroso (>45 μm) de las fibras inorgánicas es menos de un 51 % en peso o menos de un 50 % en peso o menos de un 49 % en peso o menos de un 48 % en peso o menos de un 47 % en peso o menos de un 46 % en peso o menos de un 45 % en peso o menos de un 44 % en peso o menos de un 43 % en peso o menos de un 42 % en peso o menos de un 41 % en peso o menos de un 40 % en peso o menos de un 39 % en peso o menos de un 38 % en peso o menos de un 37 % en peso o menos de un 36 % en peso o menos de un 35 % en peso o menos de un 34 % en peso o menos de un 33 % en peso.
- 50 Una combinación de diámetro de fibra reducido y contenido no fibroso inferior da como resultado propiedades aislantes mejoradas.
- 55 Las fibras inorgánicas pueden incorporarse a aislamiento térmico para uso en aplicaciones que requieren preferentemente resistencia continua a temperaturas de hasta 1300 °C o en algunas realizaciones 1200 °C o más (por ejemplo, una temperatura de clasificación de 1100 °C o 1150 °C o 1200 °C o 1260 °C o 1300 °C (EN 1094-1-2008)).
- 60 En algunas realizaciones, la fibra tiene una velocidad de disolución, en un ensayo de solubilidad de flujo (pH 7,4), es preferentemente al menos 130 $\text{ng/cm}^2\text{h}$ o al menos 140 $\text{ng/cm}^2\text{h}$ o al menos 150 $\text{ng/cm}^2\text{h}$ o al menos 170 $\text{ng/cm}^2\text{h}$ o al menos 200 $\text{ng/cm}^2\text{h}$; o al menos 250 $\text{ng/cm}^2\text{h}$.
- 65 En algunas realizaciones, la resistencia a la tracción de la manta de fibra (128 kg/m^3) es al menos 50 kPa o al menos 55 kPa o al menos 60 kPa. La resistencia de la manta de fibra puede determinarse según EN 1094-1 (2008).
- En algunas realizaciones, la conductividad térmica a 1000 °C de una manta de fibra de 128 kg/m^3 es no más de 0,30 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ o no más de 0,28 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ o no más de 0,26 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ o no más de 0,25 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. La conductividad térmica de la manta de fibra puede determinarse según ASTM C201 – 93 (2019).

La conductividad térmica a 1200 °C de una manta de fibra de 128 kg/m³ es preferentemente no más de 0,35 W.m⁻¹.K⁻¹ o no más de 0,32 W.m⁻¹.K⁻¹ o no más de 0,31 W.m⁻¹.K⁻¹ o no más de 0,30 W.m⁻¹.K⁻¹ o no más de 0,29 W.m⁻¹.K⁻¹.

5 En algunas realizaciones, la resiliencia de la fibra según se fabrica es al menos un 80 %. La resiliencia después de 1100 °C durante 24 h es preferentemente al menos un 70 % en peso o al menos un 75 % en peso. La resiliencia después de 1150 °C durante 24 h es preferentemente al menos un 63 % en peso o al menos un 67 % en peso o al menos un 70 % en peso o al menos un 72 % en peso o al menos un 74 % en peso. La resiliencia después de 1200 °C durante 24 h es preferentemente al menos un 60 % en peso o al menos un 63 % en peso o al menos un 67 % en peso o al menos un 70 % en peso.

15 Manteniendo los otros componentes (por ejemplo, impurezas incidentales) dentro de los límites anteriores, las fibras inorgánicas de la presente divulgación pueden mantener una excelente utilidad a alta temperatura. Aunque es posible que los niveles de impurezas individuales varíen de su rango preferente, manteniendo un nivel bajo general de impurezas incidentales, la necesidad de añadir aditivos (por ejemplo, modificador de viscosidad, potenciador de solubilidad, estabilizador de temperatura refractaria, etc.) a la mezcla de óxido de calcio y sílice puede evitarse o minimizarse.

20 Pueden usarse las técnicas de conversión en fibra enseñadas en los documentos de Patente US4.238.213 o US2012/247156 para formar las fibras desveladas en la presente divulgación. El aparato y las técnicas desvelados en el documento de Patente WO2017/121770 (que se incorpora en el presente documento en su totalidad por referencia) pueden usarse preferentemente, particularmente para composiciones que comprenden mayores contenidos de sílice (por ejemplo, > 68 % en peso o > 69 % en peso).

25 En un segundo aspecto de la presente divulgación, se proporciona un sistema de aislamiento o sellador que comprende:

30 a. un componente refractario que comprende una superficie de contacto; y
b. un material aislante o sellador que comprende fibras inorgánicas que tienen una composición del primer aspecto de la invención

en donde el revestimiento aislante o el material sellador está dispuesto contra la superficie de contacto.

35 En algunas realizaciones, las fibras inorgánicas del sistema de aislamiento comprenden (i) al menos un 65,7 % en peso de SiO₂; (ii) al menos un 65,7 % en peso de la suma de SiO₂ + ZrO₂; o (iii) una composición en la que las fibras inorgánicas son no reactivas con mullita cuando están en contacto a 1200 °C durante 24 horas. El experto en la materia ha de entender que la ventana compositiva exacta para no reactividad con mullita puede variar dependiendo de los aditivos o impurezas incidentales presentes.

40 El componente refractario puede comprender alúmina. El componente refractario puede comprender al menos un 20 % en peso de Al₂O₃ o al menos un 30 % en peso o al menos un 40 % en peso de Al₂O₃ o al menos un 50 % en peso de Al₂O₃ o al menos un 60 % en peso o al menos un 70 % en peso de Al₂O₃. Algunos ejemplos de composiciones de componente refractarios incluyen mullita; composiciones basadas en arcilla o composiciones basadas en alúmina. El componente refractario puede incluir mortero refractario, masilla refractaria, cemento refractario, tablero refractario, fibra refractaria o ladrillos refractarios.

El material sellador está en forma de masilla, manta o fibra suelta. El material aislante puede estar en forma de una manta, módulo, tablero o fibra suelta.

50 El sistema de aislamiento o sellador puede formar parte de un horno, estufa, fragua u otro aparato de alta temperatura.

En un tercer aspecto de la presente divulgación, se proporciona un horno, estufa o fragua que comprende:

55 a. una pared que comprende una superficie interior; y
b. un material aislante que comprende fibras inorgánicas que tienen una composición de acuerdo con un primer aspecto de la presente divulgación,

60 en donde el material aislante está unido a una superficie interior de la pared, teniendo el material aislante en uso una cara caliente que está orientada hacia el interior de la horno, estufa o fragua; y una cara fría en, orientada, o adyacente a la superficie interior de la pared.

Las fibras inorgánicas pueden formar parte o la totalidad de la cara fría, que puede estar en contacto con la pared. Las fibras inorgánicas también pueden formar parte o la totalidad de la cara caliente. Las fibras inorgánicas pueden estar en forma de una manta. La manta puede formar una construcción de bloque por doblado de la manta adelante y atrás.

65 La pared puede tener la misma composición que otros componentes refractarios definidos en el segundo aspecto de

la presente divulgación.

En un cuarto aspecto de la presente divulgación, se proporciona un proceso para la fabricación de fibras inorgánicas que comprende:

- 5
- a. seleccionar una composición y proporción de cada una de las siguientes materias primas:
 - i. arena de sílice y
 - ii. cal, comprendiendo dicha cal al menos un 10 % en peso de óxido de magnesio; y
 - iii. aditivos opcionales
 - 10 b. mezclar la arena de sílice; cal; y aditivos opcionales para formar una mezcla;
 - c. fundir la mezcla en un horno;
 - d. conformar la mezcla fundida en fibras inorgánicas,

15 en donde la selección de materias primas comprende selección de composición y selección de proporción de arena de sílice y cal para obtener una composición de fibra inorgánica que comprende un intervalo de un 61,0 % en peso y un 70,8 % en peso de sílice; menos de un 2,0 % en peso de óxido de magnesio; impurezas incidentales y no más de un 2,0 % en peso de óxidos metálicos y/o no óxidos metálicos derivados de dichos aditivos opcionales; proporcionando el óxido de calcio el resto hasta un 100 % en peso y en donde la composición de fibra inorgánica comprende no más de un 0,80 % en peso de Al_2O_3 derivado de las impurezas incidentales y/o los aditivos opcionales.

20 En una realización, el proceso produce la composición de fibra inorgánica del primer aspecto de la presente divulgación.

25 El conformado de la mezcla fundida en fibras inorgánicas puede comprender formar hebras de una mezcla fundida y enfriar la mezcla fundida para solidificarla.

30 En realizaciones que comprenden la adición de aditivos, no más de un 1,9 % en peso o no más de un 1,8 % en peso o no más de un 1,7 % en peso o no más de un 1,6 % en peso o no más de un 1,5 % en peso o no más de un 1,4 % en peso o no más de un 1,3 % en peso o no más de un 1,2 % en peso o no más de un 1,1 % en peso o no más de un 1,0 % en peso o no más de un 0,9 % en peso o no más de un 0,8 % en peso de óxidos metálicos y/o no óxidos metálicos en la composición de fibra derivan de dichos aditivos opcionales. Las materias primas están incluidas en los aditivos opcionales.

35 En una realización, la selección de composición y la selección de proporción de las materias primas se configura para que la cantidad de óxido de magnesio en la composición de fibra inorgánica sea suficiente para inhibir la formación de granos de cristalita superficial tras tratamiento térmico a 1100 °C durante 24 horas, en donde dichos granos de cristalita superficial tienen un tamaño medio de cristalita de 0,90 μm o menos. El contenido de óxido de magnesio de la composición de fibra inorgánica puede ser al menos un 0,08 % en peso o al menos un 0,10 % en peso.

40 En algunas realizaciones, las materias primas consisten en arena de sílice, y cal (es decir, sin aditivos, pero pueden estar presentes impurezas incidentales). Por restricción del número de materias primas, la huella de carbono del proceso puede reducirse. La cal se selecciona preferentemente de modo que la composición de fibra resultante comprende en el intervalo de un 0,10 a un 2,0 % en peso de MgO y no más de un 0,80 % en peso de Al_2O_3 o como se define de otro modo en el primer aspecto de la presente divulgación.

45 La selección de composición y la selección de proporción pueden configurarse para obtener las composiciones de fibra inorgánica del primer aspecto de la presente divulgación.

50 En una realización, la selección de composición de las materias primas implica dopar cantidades de impurezas incidentales seleccionadas (por ejemplo, hasta un 2,0 % en peso o hasta un 3,0 % en peso) en las materias primas para determinar la contracción de las fibras inorgánicas resultantes cuando se exponen a 1300 °C durante 24 h y usar esta información para determinar un intervalo de selección de composición objetivo de la arena de sílice y cal. Determinando los límites de impurezas incidentales, puede usarse un intervalo más amplio de fuentes de materia prima sin la necesidad de purificación química adicional.

55 La composición de la arena de sílice y/o cal puede obtenerse mezclando diferentes lotes de arena de sílice y/o cal para obtener la composición objetivo. La composición objetivo puede seleccionarse para controlar la contracción y/o tamaño de grano de cristalita cuando las fibras inorgánicas se exponen a temperaturas de 1100 °C o más.

60 Preferentemente, las materias primas no se han purificado químicamente. La purificación química incluye técnicas químicas de lixiviación o extracción, pero puede excluir operaciones de lavado con agua. Cada una de las materias primas proviene preferentemente de un depósito mineral natural.

65 En una realización, la selección de composición y selección de proporción de las materias primas se configura para obtener una preforma fundida al vacío de fibras inorgánicas que comprende una contracción de un 6,0 % o menos (o un 4,0 % o menos o un 3,5 % o menos) cuando se expone a 1300 °C durante 24 h.

En una realización, la selección de composición y selección de proporción de las materias primas se configura para obtener un contenido de fibra inorgánica que comprende al menos un 65,7 % en peso de sílice.

5 En algunas realizaciones, la selección de composición y selección de proporción de las materias primas se configura de modo que las fibras inorgánicas comprendan menos de un 2,0 % en peso de impurezas incidentales o menos de un 1,5 % en peso de impurezas incidentales menos de un 1,0 % en peso de impurezas incidentales o menos de un 0,8 % en peso de impurezas incidentales o menos de un 0,6 % en peso de impurezas incidentales. La selección de la fuente de combustible también puede usarse para controlar la composición y proporción de impurezas incidentales (por ejemplo, niveles de ceniza de carbón).

10 En algunas realizaciones, no más de un 3,0 % en peso o no más de un 2,5 % en peso o no más de un 2,2 % en peso o no más de un 2,0 % en peso o no más de un 1,8 % en peso o no más de un 1,5 % en peso o no más de un 1,2 % en peso de las fibras inorgánicas deriva de la suma de impurezas incidentales y aditivos opcionales.

15 Preferentemente, la suma de óxido de magnesio e impurezas incidentales es mayor igual que un 0,3 % en peso o mayor igual que un 0,4 % en peso. La cantidad de óxido de magnesio e impurezas incidentales es suficiente para reducir la viscosidad en estado fundido de la composición y permite que se formen fibras como se describe en aspectos previos de la divulgación.

20 En un quinto aspecto de la presente divulgación, se proporcionan fibras inorgánicas obtenidas u obtenibles mediante el proceso de acuerdo con el cuarto aspecto de la presente divulgación.

25 Se ha de entender que el uso en composiciones de los nombres de óxidos [por ejemplo, alúmina, sílice, óxido de potasio] no implica que estos materiales se suministren como tales, sino que se refiere a la composición de la fibra final que expresa los elementos pertinentes como óxidos. Los materiales pertinentes pueden proporcionarse en su totalidad o en parte como óxidos mixtos, compuestos con componentes fugaces [por ejemplo, suministrados como carbonatos] o de hecho como componentes no óxidos [por ejemplo, como haluros].

30 Las impurezas incidentales se definen como impurezas que derivan de la materia prima, fuente de combustible u otras fuentes durante la formación de las fibras inorgánicas. La composición del material se determina basándose en el peso seco.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

35 La Figura 1 es una imagen de SEM de una fibra de la muestra 24.
La Figura 2 es una imagen de SEM de una fibra de la técnica anterior (muestra 23).
Las Figuras 3a y 3b son imágenes de SEM de una fibra de la muestra 19.
La Figura 3c es una imagen de SEM de una fibra de la muestra 31.
40 La Figura 3d es una imagen de SEM de una fibra de la muestra 29.
La Figura 4a es una imagen de SEM de una fibra de la muestra 22.
La Figura 4b es una imagen de SEM de una fibra de la muestra 20.
La Figura 4c es una imagen de SEM de una fibra de la muestra 4.
La Figura 4d es una imagen de SEM de una fibra de la muestra 36.
45 La Figura 5a es una imagen de SEM de una fibra de la muestra 8.
La Figura 5b es una imagen de SEM de una fibra de la muestra 26.
La Figura 6 es un diagrama esquemático de un sistema sellador de horno de pan.
La Figura 7 es un diagrama esquemático de un horno revestido con fibras inorgánicas de la presente divulgación.

50 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE UNA REALIZACIÓN PREFERENTE

Las fibras de acuerdo con la divulgación y las fibras comparativas descritas en el presente documento se han producido en las instalaciones de producción francesas en Saint Marcellin, Francia, mediante hilado [elaborado a partir de la masa fundida formando una corriente fundida y convirtiendo la corriente en fibra permitiendo que la corriente entre en contacto con uno o más ruedas giratorias]; o en las instalaciones de investigación del solicitante en Bromborough, Inglaterra, por hilado o alternativamente por soplado [fibras elaboradas a partir de la masa fundida formando una corriente fundida y convirtiendo la corriente en fibra usando un chorro de aire dirigido a la corriente]. La divulgación no se limita a ningún método particular de formar las fibras a partir de una masa fundida, y pueden usarse otros métodos [por ejemplo, formación rotatoria o centrífuga de fibras; estirado; atenuación de chorro de aire]. A continuación, las fibras resultantes se alimentaron a una cinta transportadora y se enredaron mediante métodos de perforación, como se conoce en la técnica.

65 Las materias primas usadas para producir las fibras inorgánicas de una realización preferente de la presente divulgación son cal y arena de sílice. El análisis químico (normalizado) de la cal usada se proporciona en la siguiente Tabla 1. Las impurezas incidentales (100 - CaO - SiO₂) en la cal son habitualmente menos de un 2,0 % en peso. La pureza de la arena de sílice puede ser un 98,5 % en peso de un 99,0 % en peso o superior. Habitualmente, la arena

de sílice tenía una pureza mayor de un 99,5 % en peso de sílice y menos de 200 ppm de Fe_2O_3 ; menos de 1000 ppm de Al_2O_3 ; menos de 200 ppm de TiO_2 , menos de 100 ppm de CaO y menos de 100 ppm de K_2O .

- 5 Algunas de las composiciones producidas tenían niveles elevados de K_2O debido a la adición de agentes fundentes en el horno a escala piloto en Bromborough o debido a contaminación cruzada de la producción anterior en el horno de Saint Marcellin. Entre otras, las muestras P61-0481 y P61-0488 son representativas de composiciones producidas únicamente a partir de las materias primas arena de sílice y cal.

Tabla 1

Bolsa de cal	CaO (% en peso)	Al_2O_3 (% en peso)	Fe_2O_3 (% en peso)	K_2O (% en peso)	MgO (% en peso)	SiO_2 (% en peso)	ZrO_2 (% en peso)	XRF total sin normalizar
B1	97,97	0,28	0,21	0,04	0,41	1,09	0,01	98,39
B2	98,12	0,30	0,21	0,04	0,38	0,93	0,00	99,17
B3	97,79	0,30	0,21	0,04	0,37	1,26	0,02	99,39
B4	97,56	0,35	0,21	0,04	0,38	1,43	0,01	99,00
B5	97,64	0,54	0,21	0,04	0,38	1,15	0,01	99,94
B6	97,61	0,49	0,22	0,04	0,41	1,15	0,04	99,92
B7	97,97	0,33	0,20	0,04	0,40	1,01	0,01	98,93
B8	95,15	0,34	0,20	0,04	0,40	3,85	0,00	99,94

- 10 Las fibras/mantas fabricadas a partir de las mismas se evaluaron a continuación usando la metodología de ensayo que se describe a continuación:

Metodología de ensayo

- 15 Para los ensayos de contracción, resistencia a la tracción y resiliencia se usó la norma EN 1094-1-2008.

Contenido no fibroso

- 20 El contenido no fibroso se determinó mediante un método de tamiz de chorro como se detalla en el documento de Patente WO2017/121770, incorporado en el presente documento por referencia.

Estabilidad térmica (contracción)

- 25 El método para determinar la estabilidad dimensional de los materiales refractarios, incluyendo los materiales de aislamiento de fibra de vidrio refractaria, se basa en la norma EN ISO 10635. Este método es un ensayo de contracción que mide el cambio de las dimensiones lineales de una muestra plana después de un tratamiento térmico.

- 30 El ensayo de contracción requiere una muestra relativamente rígida para que las dimensiones lineales puedan determinarse con precisión antes y después del tratamiento térmico. En los casos en los que no se dispuso de una muestra de manta de fibra perforada, se prepararon tableros formados al vacío unidos con almidón a partir de las muestras de fibra de vidrio.

- 35 Para preparar los tableros formados al vacío, el material de fibra tal como se fabricó se picó usando un granulador industrial a pequeña escala a través de una malla n.º 6 (abertura de ~3 mm). Las muestras de fibra picada se limpiaron ligeramente con un tamiz para retirar cualquier residuo y restos de vidrio grandes. Se mezclaron 40 g de fibra limpia picada en 500 ml de almidón de patata con una concentración de un 5 % en peso en una solución acuosa para crear una suspensión. Posteriormente, se usó un formador al vacío para producir tableros de 75 x 75 mm con un grosor de 10-15 mm. El formador al vacío consiste en un molde acrílico sellado con un fondo de malla de 100 μm , se usó una bomba de vacío para retirar el agua de la suspensión mientras se comprimía manualmente la forma usando una placa plana. Los tableros formados al vacío se secaron a 120 °C.

- 45 Para medir la contracción lineal permanente, se midieron las dimensiones lineales de la muestra con una precisión de $\pm 5 \mu\text{m}$ usando un microscopio móvil. Posteriormente, las muestras se colocaron en un horno y la temperatura se elevó en rampa hasta una temperatura 50 °C inferior a la temperatura de ensayo (por ejemplo, 1300 °C) a una velocidad de 300 °C/hora y a continuación se elevó en rampa a 120 °C/hora los últimos 50 °C hasta la temperatura de ensayo y se mantuvo durante 24 horas. Las muestras se dejaron enfriar de forma natural a temperatura ambiente al final de este tratamiento térmico. Después del tratamiento térmico, se midieron las dimensiones lineales de la muestra usando nuevamente el mismo aparato para calcular el cambio de dimensiones. Los valores de contracción se dan como la

media de 4 mediciones.

Reactividad con mullita

- 5 Para este ensayo se usaron muestras de manta de fibra perforada con dimensiones aproximadas de 50 mm x 100 mm. Las muestras de manta se colocaron sobre un ladrillo refractario aislante de mullita (JM 28 IFB) nuevo. La muestra, junto con el sustrato IFB, se calentó y se trató a 1200 °C durante 24 horas para confirmar la reactividad después del tratamiento térmico. Se inspeccionaron muestra e IFB para cualquier signo de fusión o reacción. La muestra que no reaccionó en absoluto con IFB se evaluó como buena (O). La muestra que reaccionó con IFB (la muestra estaba adherida a IFB o se observó algún signo de fusión) se evaluó como mala (X).

Biosolubilidad

- 15 La solubilidad biológica de los materiales fibrosos puede estimarse en un sistema en el que el material se expone a un fluido corporal simulado en un aparato de flujo continuo (es decir, *in vitro*). Esta medida de solubilidad se define como la tasa de disminución de masa por unidad de área superficial (Kdis). Aunque se han realizado varios intentos para estandarizar esta medición, actualmente no existe un estándar internacional. Las principales diferencias de protocolo entre los laboratorios incluyen diferentes químicas de fluidos corporales simuladas (y, lo más significativo, diferentes tamponamiento y componentes orgánicos), tasas de flujo, masa y/o área superficial de las muestras, métodos de determinación para el área superficial específica y determinación de la pérdida de masa. Por consiguiente, los valores de Kdis deben considerarse estimaciones relativas de la reactividad química con el fluido corporal simulado con los parámetros específicos del ensayo, no medidas de solubilidad absoluta de partículas fibrosas en el pulmón humano. El método de ensayo de flujo a través de solubilidad usado en este estudio es un ensayo de solubilidad de 3 semanas de duración en solución salina a pH 7,4. Se sometieron a ensayo simultáneamente dos canales de cada muestra única. Se toman muestras de la solución salina que fluye sobre las fibras después de 1, 4, 7, 11, 14, 19 y 21 días. Las muestras de solución salina se analizan utilizando el método ICP para medir los niveles de disolución de óxido en niveles de ppm. Para validar los resultados del ensayo de flujo y calcular las tasas de disolución final para cada muestra, se representa la raíz cuadrada de la masa de fibra restante frente a los tiempos de muestreo. La desviación de una tendencia lineal podría sugerir un problema con los resultados. Se observó un buen ajuste de regresión lineal en los resultados de la prueba de flujo realizada en este estudio. Basándose en los datos históricos recopilados por los autores, habitualmente se requiere una velocidad de disolución mínima de 150 ng/cm²h para que una fibra tenga potencial de exoneración. En el método de ensayo de solubilidad estático, las muestras de fibra se agitan en solución salina a 37 °C para reproducir las condiciones de los pulmones. El ensayo monitoriza la disolución de fibra después de 24 horas usando el método ICP. SiO₂ y CaO constituyen normalmente la mayoría del material de la disolución.

Resiliencia

- 40 El ensayo de resiliencia (EN1094-1-2008) demuestra la capacidad de los productos de aislamiento de fibra para recuperarse después de comprimirse al 50 % de su grosor inicial. Las muestras para los ensayos de resiliencia en el presente documento estaban en forma de manta perforada. Las muestras de manta como tales o tratadas térmicamente se cortaron en cuadrados de 100 mm x 100 mm y se secaron a 110 °C ± 5 °C durante 12 horas para retirar cualquier humedad absorbida. Posteriormente, las muestras se dejaron enfriar a temperatura ambiente y a continuación se sometieron a ensayo inmediatamente. El grosor inicial de las muestras de manta se midió usando el método de aguja y disco antes del ensayo de resiliencia. Para los ensayos de resiliencia se usó un marco de ensayo mecánico universal Instron, equipado con placas de compresión planas de 150 mm de diámetro. Durante el ensayo, las muestras se comprimieron al 50 % de su grosor original a una velocidad de 2 mm/min, y a continuación las muestras se mantuvieron bajo compresión durante 5 minutos. Posteriormente, se dejó que las muestras se recuperaran levantando la placa de compresión hasta que se registraron 725 Pa (para muestras ≥ 96 kg/m³ de densidad aparente) o 350 Pa (para muestras < 96 kg/m³ de densidad aparente) en la celda de carga, y a continuación se mantuvieron durante otros 5 minutos. Después de este ensayo, los valores de resiliencia se calcularon usando la siguiente fórmula:

$$R = \frac{d_f}{d_0} \times 100$$

R = Resiliencia

55 d_f = Grosor después del ensayo

d_0 = Grosor inicial

Resistencia a la tracción

- 60 La resistencia a la partición de una manta se determina causando la ruptura de las piezas de ensayo a temperatura ambiente. Las muestras se cortan usando una plantilla (230 ± 5 mm x 75 ± 2 mm). Las muestras se secan a 110 °C hasta masa constante, se enfrían a temperatura ambiente y a continuación se miden y se someten a ensayo inmediatamente.

La anchura se mide usando una regla de acero con una precisión de 1 mm en el centro de la pieza y el grosor de la muestra se mide en cada muestra (en ambos extremos de la muestra) usando el método de aguja EN1094-1. Se toman un mínimo de 4 muestras para cada ensayo a lo largo de la dirección de fabricación.

5 Las muestras se sujetan en cada extremo mediante abrazaderas que comprenden un par de mordazas que tienen al menos 40 mm x 75 mm de área de sujeción con superficies de sujeción dentadas para evitar el deslizamiento durante el ensayo. Estas dimensiones dan un tramo sin sujetar de 150 ± 5 mm para someterse a ensayo. Las abrazaderas se cierran al 50 % del grosor de la muestra (medido con un calibre Vernier o regla).

10 Las abrazaderas se montan en una máquina de resistencia a la tracción [por ejemplo, Instron 5582, 3365 usando una celda de carga de 1 kN, o una máquina de funcionalidad al menos equivalente para someter a ensayo la resistencia a la tracción]. La velocidad de la cruceta de la máquina de ensayo de tracción es constante a 100 mm/min durante todo el ensayo. Se rechaza cualquier medición en la que la muestra se rompa más cerca de la mordaza de la abrazadera que del centro de la muestra.

15 La carga máxima durante el ensayo se registra para permitir calcular la resistencia.

La resistencia a la tracción viene dada por la fórmula:

$$20 \quad R(m) = \frac{F}{W \times t}$$

Donde:

25 $R(m)$ = Resistencia a la tracción (kPa)
 F = Fuerza de partición máxima (N)
 W = Anchura inicial de la parte activa de la pieza de ensayo (mm)
 t = Grosor inicial de la pieza de ensayo (mm)

El resultado del ensayo se expresa como la media de estas mediciones de resistencia a la tracción junto con la densidad aparente del producto.

30 Diámetro de fibra

Las mediciones del diámetro de fibras se realizaron usando el microscopio electrónico de barrido (SEM). SEM es una técnica microanalítica que se usa para realizar observaciones con gran aumento de los detalles microscópicos de los materiales. SEM utiliza un filamento de tungsteno para generar un haz de electrones, el haz de electrones se raspa a continuación sobre un área seleccionada de la muestra y la señal producida por la muestra se registra mediante un detector y se procesa en un dispositivo de visualización de imágenes en una computadora. Pueden usarse una diversidad de detectores para registrar la señal producida por la muestra, incluyendo detectores de electrones secundarios y electrones retrodispersados.

40 El equipo de SEM particular usado opera al vacío y en muestras eléctricamente conductoras. Por tanto, todas las muestras de fibra de vidrio/cerámica deben revestirse con oro o carbono antes del análisis de SEM. El revestimiento se aplicó usando un revestidor por pulverización catódica automatizado a aproximadamente 20 nm. Para preparar las muestras fibrosas para las mediciones de diámetro, las muestras de fibra se trituraron usando una prensa neumática a 400 psi. El fin de la trituración es garantizar que la muestra se tritura lo suficiente para dispersarse sin comprometer la longitud de la fibra, la trituración resulta en fibras con relaciones de aspecto > 3:1. Las muestras de fibra triturada se cuartejan para asegurar un muestreo representativo. Las fibras trituradas y cuarteadas se dispersan en IPA. Habitualmente, se colocan 50 µg de fibras en un tubo de centrífuga de 50 ml y se añaden 25 ml de IPA. A continuación, se coloca un portamuestras de SEM en el centro de una placa de Petri, a continuación el tubo de centrífuga se agita vigorosamente y se vacía en la placa de Petri que contiene el portamuestras de SEM. La placa de Petri se deja en una campana de gases durante 1 hora para que las fibras se asienten en el portamuestras de SEM. A continuación, el portamuestras de SEM se reviste cuidadosamente con oro en preparación para la formación de imágenes por SEM.

55 Después de esta etapa de preparación de muestra, se utiliza un *software* automatizado en el equipo de SEM para recopilar 350 imágenes de electrones secundarios únicos a 1500 aumentos del portamuestras de SEM. Después de la etapa de recopilación de imágenes, las imágenes se procesan mediante el sistema Scandium® disponible en Olympus Soft Imaging Solutions GmbH, para medir el diámetro de las fibras. El proceso implica la inspección manual de las fibras medidas en cada imagen para garantizar que solo se midan las partículas de fibras con relaciones de aspecto superiores a 3:1. La distribución final del diámetro de fibra se vuelve a representar en un gráfico, así como el diámetro medio numérico/medio aritmético.

60 Tamaño de grano de cristalita

Las mediciones del tamaño de grano de cristalita en materiales de fibra tratados térmicamente se realizaron usando

el microscopio electrónico de barrido (SEM). SEM es una técnica microanalítica que se usa para realizar observaciones con gran aumento de los detalles microscópicos de los materiales. SEM usa un filamento de tungsteno para generar un haz de electrones, el haz de electrones se raspa a continuación sobre un área seleccionada de la muestra y la señal producida por la muestra se registra mediante un detector y se procesa en un dispositivo de visualización de imágenes en una computadora. Pueden usarse una diversidad de detectores para registrar la señal producida por la muestra, incluyendo detectores de electrones secundarios y electrones retrodispersados.

El equipo de SEM particular usado opera al vacío y en muestras eléctricamente conductoras. Por tanto, todas las muestras de fibra de vidrio/cerámica deben revestirse con oro o carbono antes del análisis de SEM. El revestimiento se aplicó usando un revestidor por pulverización catódica automatizado a aproximadamente 20 nm. Para preparar las muestras fibrosas para las mediciones de tamaño de grano, las muestras de fibra se cuartearon para asegurar un muestreo representativo. Se prepara un portamuestras de SEM con una pequeña muestra representativa de la muestra y se reviste cuidadosamente con oro en preparación para la formación de imágenes por SEM.

Después de esta etapa de preparación de muestra, se utiliza el equipo de SEM para recopilar varias imágenes de electrones secundarios únicos con un aumento adecuado basado en la morfología (habitualmente en un intervalo de aumento de 5000-10000x) del portamuestras de SEM. Después de la etapa de recopilación de imágenes, las imágenes se procesan mediante un programa de *software* de computadora (Olympus Scandium®) para medir el tamaño del grano dibujando círculos alrededor de los límites del grano visible en varias imágenes de SEM. El proceso implica la inspección manual de las fibras en cada imagen para garantizar que solo las fibras estén enfocadas. El tamaño de grano final se informa como media numérica de todas las mediciones (preferentemente un mínimo de 10 mediciones de cristales representativos). Preferentemente, el tamaño de cristalita se determina a partir de una selección aleatoria de al menos cinco fibras, con mediciones de tamaños de cristalita representativos de 5 granos tomados de cada fibra. Las mediciones de fibra que caigan más de 2 desviaciones estándar de la media no deben tenerse en cuenta. Debido a las limitaciones en el aumento y resolución de las imágenes de SEM, el tamaño de grano mínimo medible fue de aproximadamente 0,4 μm . Se informó que las muestras con tamaños de grano de cristalita inferiores tenían un valor de tamaño medio de grano < 0,4 μm .

Los granos cristalinos se diferencian de otras imperfecciones superficiales por su regularidad en frecuencia y forma, que se caracteriza por cristalitas que sobresalen de la superficie de la fibra, como se indica en el aumento de tamaño de grano de la Figura 4a a la Figura 4d. Las imperfecciones superficiales incluyen formaciones de plaquetas de forma irregular como se ilustra en las Figuras 3b y 3d.

Temperatura de fusión

La temperatura de fusión de las fibras se determinó mediante DSC (aumento de temperatura de 10 k/min de 30 °C a 1500 °C). La muestra 26b (50 mg de polvo fino triturado de fibra) tuvo una temperatura de fusión de 1435,3 °C.

Composición de la fibra

La composición de la fibra se determinó utilizando la metodología XRF convencional. Los resultados se normalizaron después del análisis realizado en los componentes SiO₂, CaO, K₂O, Al₂O₃, MgO y óxido enumerados en la Tabla 6. Los resultados sin normalizar se descartaron si el peso total de la composición caía fuera del intervalo de un 98,0 % en peso a un 102,0 % en peso.

Efectos de las impurezas

Para evaluar los efectos de las impurezas incidentales en las materias primas, se produjo una muestra ultrapura (C-24) utilizando sílice (SiO₂: 99,951 % en peso, Al₂O₃: 0,038 % en peso Fe₂O₃: 0,012 % en peso) y óxido de calcio (CaO: 99,935 % en peso, SiO₂: 0,011 % en peso, Al₂O₃: 0,012 % en peso Fe₂O₃: 0,011 % en peso, SrO: 0,031 % en peso). Los componentes restantes fueron inferiores al límite de detección de XRF (<0,01 % en peso).

Para evaluar el efecto de las impurezas, se añadieron cantidades adicionales de Al₂O₃, MgO, TiO₂ y ZrO₂ a las impurezas incidentales existentes. Por referencia a la Tabla 4a, cantidades crecientes de MgO, TiO₂ y Al₂O₃ resultan en una estabilidad térmica reducida a 1300 °C (24 horas), medida por el % de contracción. El ejemplo 34 es una repetición similar a la muestra E-174 del documento de Patente US 5.332.699.

Tabla 2

Muestra	SiO ₂ (% en peso)	CaO (% en peso)	Al ₂ O ₃ (% en peso)	K ₂ O (% en peso)	MgO (% en peso)	CaO + SiO ₂ (% en peso)
C-1	72,8	24,9	1,1	0,6	0,6	97,7
C-2	71,2	28,1	0,33	0,06	0,17	99,3

ES 1 290 829 U

(continuación)

Muestra	SiO ₂ (% en peso)	CaO (% en peso)	Al ₂ O ₃ (% en peso)	K ₂ O (% en peso)	MgO (% en peso)	CaO + SiO ₂ (% en peso)
1	70,7	28,8	0,26	0,03	0,13	99,5
2	70,6	28,9	0,28	0,04	0,16	99,5
3	70,6	28,5	0,55	0,12	0,19	99,1
4	70,5	28,4	0,69	0,18	0,23	98,9
5	70,3	29,1	0,36	0,05	0,17	99,4
6	69,5	30,0	0,27	0,04	0,15	99,5
7	69,4	30,1	0,32	0,03	0,15	99,5
8	67,7	31,9	0,25	0,03	0,15	99,6
9	67,1	32,4	0,28	0,02	0,15	99,5
10	66,0	33,1	0,60	0,04	0,18	99,1
11	65,7	33,8	0,22	0,03	0,15	99,5
12	65,6	34,0	0,27	0,02	0,15	99,6
13	65,3	34,2	0,23	0,03	0,16	99,5
14	65,0	34,5	0,35	0,02	0,17	99,5
15	64,5	35,1	0,19	0,06	0,16	99,6
16	63,3	36,1	0,22	0,10	0,29	99,4
17	62,8	36,7	0,23	0,07	0,16	99,5
18	61,5	38,0	0,21	0,09	0,16	99,5
19	67,2	32,3	0,07	0,02	0,23	99,5
20	69,0	30,2	0,49	0,03	0,23	99,2
21	66,0	33,5	0,18	0,02	0,32	99,5
22	66,3	33,2	0,19	0,01	0,26	99,5
C-23	66,3	33,2	-	0,004	0,03	99,5
C-24	65,8	34,2	0,02	0,0	0,0	100,0
25	63,3	36,1	0,22	0,10	0,29	99,4
26	68,0	31,3	0,18	0,27	0,21	99,3
26b	67,1	32,4	0,23	0,10	0,15	99,5
P61-0488	66,2	33,3	0,15	0,01	0,26	99,5
P61-0481	65,9	33,5	0,15	0,01	0,39	99,4
C-3	60,7	38,9	0,26	0,07	0,17	99,6
C-4	64,9	29,8	0,15	0,01	5,2	94,7
C-5	60,7	38,8	0,23	0,12	0,17	99,5

Resultados

5

Por referencia a las Tablas 2 y 3, se muestra la composición de fibras inorgánicas como % en peso de la composición total de acuerdo con los Ejemplos 1 a 26b, P61-0481, P61-0488 y Ejemplos Comparativos C1 a C5; C-27, C-34-C36. Como se ilustra en la Tabla 3, se descubrió que las composiciones de fibra inorgánica con niveles de sílice inferiores a un 65,7 % en peso no eran compatibles con los ladrillos basados en mullita, adhiriéndose a los ladrillos después de estar en contacto a 1200 °C durante 24 horas. Las composiciones de fibra inorgánica con niveles más altos de sílice tenían generalmente un mayor contenido de material no fibroso y un mayor diámetro de fibra. Los resultados de la

10

muestra P50 indican que ZrO_2 puede ser capaz de sustituir parcialmente a SiO_2 en la red de formación vítrea, siendo estas muestras también compatibles con ladrillos basados en mullita a pesar del bajo contenido de SiO_2 de las muestras. Es probable que la incorporación de una pequeña cantidad (por ejemplo, hasta un 2,0 % en peso o hasta un 1,5 % en peso) de ZrO_2 en la red vítrea mantenga la naturaleza no reactiva de la composición frente a los ladrillos basados en mullita u otras composiciones basadas en alúmina.

5

Tabla 3

Muestra	Reactividad con mullita a 1200 °C	Contracción a 1300 °C (24 h)	Contenido de material no fibroso % en peso	Diámetro medio de fibra (μm)
C-1	O	2,0	-	6,9
C-2	O	1,4	59,3	-
1	-	0,9	51,9	5,7
2	O	1,4	52,0	-
3	O	2,2	54,5	-
4	O	2,7	53,4	2,67
5	O	1,1	50,6	-
6	O	-	49,5	-
7	O	1,2	47,8	-
8	O	2,0	34,6	-
9	O	1,4	47,3	-
10	O	1,2	36,6	3,02
11	O	0,8	37,7	-
12	X	1,3	37,4	3,33
13	X	2,0	39,7	-
14	X	-	38,2	2,87
15	-	2,2	-	-
16	-	1,7	-	-
17	-	2,6	-	-
18	-	3,3	-	-
19	-	2,1	-	-
20	-	1,7	-	-
21	-	1,6	-	2,65
22	-	1,1	-	2,37
25	-	1,7	-	-
26	-	2,0	-	-
P50	O	5,3	-	-
C-3	-	8,6	-	-
C-4	X	14,5	-	-
C-5	-	5,6	-	-

Contracción a 1300 °C durante 24 horas

10

La contracción más baja (mejor rendimiento a alta temperatura) se observó en las muestras 32 y 33. La muestra 33 fue una muestra de control sin aditivos, mientras que la muestra 32 tiene un nivel de MgO ligeramente elevado, aunque en ambas muestras, la suma de SiO_2 y CaO es mayor de un 99,0 % en peso. La muestra 32 parece ser una anomalía en la correlación entre la contracción y el contenido de MgO de las muestras 30 a 33. Asimismo, el ejemplo 37 también

se considera un resultado sospechoso, y se espera que el resultado de la contracción sea inferior a un 4 %. Los resultados indican que, en general, un mayor nivel de CaO + SiO₂ corresponde a composiciones de fibra con estabilidad mejorada a alta temperatura según se mide mediante el ensayo de contracción.

5 *Tamaño de cristalita superficial*

Las materias primas ultrapuras fueron difíciles para formar fibras y, cuando se formaron fibras, el rendimiento fue bajo y el diámetro de la fibra fue elevado (por ejemplo, >500 μm). Como se ilustra en la Figura 1, la superficie de las fibras contiene un tamaño medio de grano de cristalita cercano a 5 μm, observándose también agrietamiento. La prevalencia de cristalitas superficiales también se observó en la muestra de alta pureza de la técnica anterior (Figura 2; Muestra C-23), con un tamaño medio de grano de cristalita de aproximadamente 1 μm.

Tabla 4a

#	SiO ₂ (% en peso)	CaO (% en peso)	Al ₂ O ₃ (% en peso)	K ₂ O (% en peso)	MgO (% en peso)	ZrO ₂ (% en peso)	TiO ₂ (% en peso)	CaO + SiO ₂ (% en peso)	Solubilidad estática (pH 7,4) ppm	Contracción a 1300 °C
C-27	59,9	35,2	0,34	0,10	4,31	0,00	-	95,1	380	24,1
28	62,4	35,4	0,24	0,13	1,66	0,00	-	97,8	265	6,1
29	62,6	35,7	0,23	0,06	1,35	0,00	-	98,3	375	11,3
30	65,7	33,1	0,19	0,09	0,97	0,00	-	98,8	294	7,0
31	65,4	33,4	0,20	0,08	0,82	0,00	-	98,8	270	3,4
32	66,1	33,0	0,19	0,10	0,56	0,00	-	99,1	289	1,7
33	66,1	33,4	0,18	0,05	0,25	0,00	-	99,5	548	2,6
C-34	63,4	34,9	0,84	0,08	0,47	0,32	-	98,3	301	5,7
C-35	65,5	32,6	1,48	0,13	0,21	0,00	-	98,1	167	6,6
C-36	65,5	33,1	1,04	0,18	0,20	0,00	-	98,6	208	4,1
37	65,5	33,6	0,56	0,14	0,26	0,00	-	99,1	249	5,0
P40	66,0	31,8	0,45	0,04	0,79	0,71	0,03	97,8	140	4,0
P41	66,4	31,8	0,17	0,04	0,89	0,03	0,66	98,2	235	5,5
P47	67,2	31,8	0,17	0,41	0,24	0,03	0,02	99,0	259	1,9
C-P50	63,5	28,6	0,17	0,31	0,23	7,2	0,03	92,1	50	5,3

15 Como se indica en la Tabla 4a, los totales más altos de CaO + SiO₂ tienden a corresponder a un rendimiento y biosolubilidad a alta temperatura mayores. La Tabla 4b describe además la correlación entre el rendimiento a alta temperatura y el contenido de MgO, con los contenidos inferiores de MgO correlacionando con una menor contracción de las fibras a 1300 °C.

20 *Solubilidad estática*

Como se indica en la Tabla 4a, cantidades crecientes de ZrO₂ (véanse las muestras C-32, P40 y C-P50) resultan en una reducción en la biosolubilidad de las fibras.

25

Tabla 4b

#	SiO ₂ (% en peso)	CaO (% en peso)	Al ₂ O ₃ (% en peso)	K ₂ O (% en peso)	MgO (% en peso)	ZrO ₂ (% en peso)	CaO + SiO ₂ (% en peso)	Contracción a 1300 °C
38	65,36	33,72	0,17	0,02	0,76	0,00	99,09	3,8
39	65,20	34,05	0,16	0,01	0,58	0,00	99,25	2,7
40	65,23	34,12	0,15	0,01	0,51	0,00	99,35	2,2
41	65,50	33,65	0,16	0,01	0,66	0,00	99,15	3,2
42	65,44	33,77	0,14	0,01	0,58	0,01	99,21	2,9
43	65,43	33,88	0,14	0,01	0,52	0,01	99,31	2,2

(continuación)

Tabla 4b

#	SiO ₂ (% en peso)	CaO (% en peso)	Al ₂ O ₃ (% en peso)	K ₂ O (% en peso)	MgO (% en peso)	ZrO ₂ (% en peso)	CaO + SiO ₂ (% en peso)	Contracción a 1300 °C
44	65,46	33,87	0,15	0,01	0,47	0,01	99,33	3,1
45	65,56	33,75	0,24	0,02	0,41	0,02	99,31	2,2
46	65,51	33,90	0,14	0,01	0,37	0,01	99,41	2,1
47	65,72	33,68	0,18	0,01	0,36	0,01	99,40	1,8
48	65,87	33,59	0,17	0,02	0,32	0,01	99,45	1,8
49	65,93	33,48	0,15	0,01	0,39	0,01	99,41	1,9
50	65,98	33,46	0,18	0,02	0,32	0,01	99,43	1,6
51	66,16	33,36	0,15	0,01	0,29	0,01	99,52	1,4
52	66,33	33,25	0,14	0,01	0,27	0,01	99,58	1,2
53	66,25	33,30	0,15	0,01	0,26	0,01	99,55	1,4
54	65,56	33,84	0,14	0,01	0,41	0,01	99,40	1,3
55	66,26	33,22	0,19	0,01	0,26	0,01	99,48	1,1

5

10

15

20

25

El efecto de la adición de MgO se ilustra en las Figuras 3a a 3d, con la muestra 19 (Figuras 3a y 3b) y la muestra 31 (Figura 4) representando una composición con MgO siendo el componente de óxido minoritario predominante. Las Figuras 3b y 3d también ilustran ejemplos de imperfecciones superficiales, incluyendo plaquetas superficiales, que son distintas de la regularidad y forma de las cristalitas de la Figura 2. Los resultados indican que MgO hasta al menos un 4,3 % en peso es capaz de suprimir el crecimiento de cristalitas a 1100 °C, aunque niveles crecientes de MgO también resultan en un aumento de contracción de la fibra, con contenidos de MgO superiores a un 2 % en peso siendo menos adecuados para aplicaciones de uso continuo a o superior a 1200 °C (Tabla 5). El efecto de niveles aumentados de Al₂O₃ se ilustra en las Figuras 4a a 4d, con un tamaño medio de cristalita de casi 1 µm obtenido con un contenido de Al₂O₃ de un 1,04 % en peso (muestra 36), con un % en peso de CaO + SiO₂ de un 98,6 % en peso. El efecto del contenido de K₂O se ilustra en las Figuras 5a (muestra 8) y 5b (muestra 26), con el aumento en contenido de K₂O de un 0,03 % en peso (muestra 8) a un 0,27 % en peso (muestra 26) correspondiendo a un ligero aumento en el tamaño de cristalita de inferior al límite de detección (<0,4 µm) a 0,54 µm. Aunque las muestras P42 y P47 indican niveles elevados de K₂O hasta aproximadamente un 0,5 % en peso, aún puede obtenerse un tamaño de cristalita bajo (<0,4 µm) para su matriz compositiva.

La adición de un 0,66 % en peso de TiO₂ y un 0,89 % en peso de MgO (P41) resultó en un bajo rendimiento de contracción a 1300 °C, con el componente de TiO₂ pareciendo contribuir más a este resultado. P40 tuvo un contenido de MgO similar a P41, pero con el ZrO₂ adicional teniendo un menor impacto en comparación con el TiO₂ tras rendimiento de contracción a 1300 °C. Aunque el efecto de un aditivo/impureza o combinaciones de los mismos puede ser específico del aditivo/impureza, la composición de fibra inorgánica puede configurarse fácilmente, sometiendo a ensayo la sensibilidad de aditivos/impurezas, para obtener el rendimiento a alta temperatura requerido en términos de contracción y/o tamaño de grano de cristalita.

Tabla 5

Ejemplo	Contracción a 1200 °C (24 h)	Contracción a 1300 °C (24 h)	Tamaño de grano (µm) a 1100 °C (24 h)	% en peso del mayor componente minoritario
4	-	2,7	0,47	0,69 Al ₂ O ₃
7	-	1,2	<0,4	0,32 Al ₂ O ₃
8	-	0,8	<0,4	0,25 Al ₂ O ₃
11	-	1,4	<0,4	0,22 Al ₂ O ₃
19	-	2,1	<0,4	0,23 MgO
20	-	1,7	0,48	0,49 Al ₂ O ₃
21	-	1,6	<0,4	0,32 Al ₂ O ₃

(continuación)

Ejemplo	Contracción a 1200 °C (24 h)	Contracción a 1300 °C (24 h)	Tamaño de grano (μm) a 1100 °C (24 h)	% en peso del mayor componente minoritario
22	-	1,1	<0,4	0,26 Al ₂ O ₃
C-23	-	-	0,94	0,03 MgO
C-24	-	-	4,93	0,02 Al ₂ O ₃
25	-	1,7	0,48	0,29 MgO
26	-	2,0	0,54	0,27 K ₂ O
27	10,6	24,1	<0,4	4,31 MgO
28	3,4	6,1	<0,4	1,66 MgO
29	4,5	11,3	<0,4	1,35 MgO
30	1,5	7,0	<0,4	0,97 MgO
31	-	3,4	<0,4	0,82 MgO
32	-	1,7	<0,4	0,56 MgO
33	-	2,6	-	0,2 MgO
C-34	-	5,7	0,94	0,84 Al ₂ O ₃
C-35	-	6,6	-	1,48 Al ₂ O ₃
C-36	-	4,1	0,90	1,04 Al ₂ O ₃
37	-	5,0	0,51	0,56 Al ₂ O ₃
P40	1,4	4,0	0,53	0,79 MgO
P41	1,8	5,5	0,77	0,89 MgO
P47	1,1	1,9	<0,4	0,41 K ₂ O

Los resultados confirman que muy pocos o demasiados componentes minoritarios de la composición pueden conducir a un tamaño de cristalita elevado, que está relacionado con un deterioro en rendimiento mecánico a alta temperatura. En particular, se ha demostrado que MgO inhibe el crecimiento de cristalita, mientras que se ha demostrado que Al₂O₃ promueve el crecimiento de cristalita. Además de las impurezas incidentales principales de Al₂O₃, MgO y K₂O, el análisis XRF midió los óxidos metálicos enumerados en la Tabla 6. Se proporcionan los niveles máximo y mínimo de impurezas incidentales de cada uno de los óxidos metálicos. Habitualmente, estas impurezas incidentales minoritarias son menos de un 0,3 % en peso o menos de un 0,25 % en peso o menos de un 0,20 % en peso; y al menos un 0,10 % en peso.

El experto en la materia puede determinar fácilmente los niveles de grupos específicos u otros componentes específicos para los que se promueve el crecimiento de cristalita, sin experimentación indebida. Pueden usarse materias primas con perfiles variables de otros componentes (es decir, impurezas), cuando se controlan a niveles designados otros componentes perjudiciales para el crecimiento de cristalita, y por tanto para el rendimiento a alta temperatura.

Como tal, la composición de fibra inorgánica puede configurarse para obtener la formación de granos de cristalita superficial, tras tratamiento térmico a 1100 °C durante 24 horas, que tienen un tamaño medio de cristalita de 0,90 μm o menos.

Tabla 6

Impurezas incidentales	Nivel máx. (% en peso)	Nivel mín. (% en peso)
BaO	0,01	0,00
Cr ₂ O ₃	0,02	0,00
Fe ₂ O ₃	0,13	0,08
HfO ₂	0,00	0,00
La ₂ O ₃	0,07	0,00

(continuación)

Impurezas incidentales	Nivel máx. (% en peso)	Nivel mín. (% en peso)
Mn ₃ O ₄	0,00	0,00
Na ₂ O	0,03	0,00
P ₂ O ₅	0,00	0,00
SrO	0,03	0,00
TiO ₂	0,03	0,00
V ₂ O ₅	0,01	0,00
SnO ₂	0,01	0,00
ZnO	0,00	0,00
ZrO ₂	0,03	0,00

Conductividad térmica de cuerpos de fibras inorgánicas

5 La conductividad térmica de un cuerpo de fibras formadas por fusión (por ejemplo, una manta u otra forma de producto) está determinada por una diversidad de factores que incluyen, en particular:

- Diámetro de las fibras; y
- Contenido de "material no fibroso" (material no fibrado).

10 Las fibras de diámetro fino proporcionan baja conductividad térmica a un cuerpo de fibras reduciendo el alcance de la conducción a través del sólido y permitiendo porosidad entre fibras más fina que aumenta el número de etapas de radiación-absorción para que el calor pase por radiación de un lado del cuerpo al otro.

15 La presencia de material no fibroso en una manta aumenta la conductividad térmica de la manta al aumentar el alcance de conducción a través del sólido. El material no fibroso también aumenta la densidad de una manta. En igualdad de condiciones, cuanto menor sea el contenido de material no fibroso, menores serán la conductividad térmica y la densidad. Para dos cuerpos de idénticos contenido de fibra y química, el cuerpo con el menor contenido de material no fibroso tendrá tanto menor densidad como menor conductividad térmica.

20 Por referencia a la Tabla 7, se produjeron fibras inorgánicas con un diámetro de fibra entre aproximadamente 2,6 y 3,0 μm y un contenido de material no fibroso entre un 32 y un 41 % en peso. A partir del conjunto de datos proporcionado en las Tablas 7 y 8, no existe una correlación clara entre las características de fibra y la conductividad térmica, aunque las muestras P61-0481 y P61-0488, con la menor conductividad térmica, se obtuvieron a partir de una línea de producción comercial con un menor nivel de material no fibroso y una mayor consistencia esperada en el diámetro de la fibra de aproximadamente 3 μm de diámetro. Cabría esperar que las mantas derivadas de fibras inorgánicas con alto contenido de SiO₂ tengan mayores conductividades térmicas debido al alto contenido de material no fibroso y diámetros de fibra asociados a estas composiciones, como se ilustra en la Tabla 3. Se observó que la resiliencia de las fibras inorgánicas (Tabla 7) aumenta generalmente al aumentar el contenido de SiO₂.

30 La muestra P61-0488 se produjo en el sitio de Saint Marcellin usando tecnología de hilado por fusión a escala comercial, con condiciones de producción optimizadas para reducir los niveles de material no fibroso, que tiene efecto en las propiedades aislantes de la fibra. La fibra inorgánica puede formarse en una manta entrelazada, usando habitualmente una técnica de perforación. Las mantas se producen generalmente con una densidad de al menos 64 kg/m³, con densidades comerciales estándares producibles, tales como 64 kg/m³, 96 kg/m³, 128 kg/m³, 160 kg/m³.
35 La fibra inorgánica también puede formarse en módulos de alta densidad de hasta 240 kg/m³. La Tabla 9 ilustra la mejora en las propiedades aislantes de una manta de 128 kg/m³ en comparación con una manta producida a partir del ejemplo comparativo, C-1. Las composiciones desveladas de la presente divulgación son capaces de formar diámetros de fibra bajos y poseen un bajo contenido de material no fibroso, contribuyendo a las excelentes propiedades de aislamiento térmico a alta temperatura.

40

Tabla 7

	Material no fibroso (>45 μm)	Diámetro de fibra SEM	Resiliencia (24 h a 1150 °C)	Resiliencia (24 h a 1200 °C)
MUESTRA	% en peso	(μm)	%	%
8	34,6	-	69	64
10	36,6	3,02	69	66

(continuación)

	Material no fibroso (>45 µm)	Diámetro de fibra SEM	Resiliencia (24 h a 1150 °C)	Resiliencia (24 h a 1200 °C)
12	32,5	2,65	68	66
13	40,6	-	68	63
14	38,3	2,70	64	60
15	38,7	2,76	-	-
P61-0488	32,1	3,01	-	-

Tabla 8

MUESTRA	Conductividad (W/m.K) (ASTM C201)						Densidad Kg/m ³	Resistencia kPa	Densidad Kg/m ³
	400°	600°	800°	1000°	1100°	1200°			
10	0,08	0,13	0,22	0,33	0,40	0,47	88	35	91
12	0,07	0,12	0,21	0,32	0,39	0,46	96	50	95
13	0,08	0,13	0,20	0,28	0,33	0,39	111	50	121
14	0,07	0,11	0,18	0,27	0,33	0,39	105	48	115
15	0,07	0,12	0,19	0,29	0,35	0,41	105	56	123
P61-0488	0,07	0,11	0,17	0,24	0,28	0,32	128	60	132
P61-0481	0,08	0,12	0,17	0,22	0,26	0,29	128	64	135

Ensayo de flujo térmico (flujo térmico ASTM C680-19)

5 Se determinaron las propiedades de aislamiento de mantas de 200 mm de grosor de 128 kg/m³ fabricadas a partir de la composición de las muestras P61-0488 y C-1, respectivamente. Se aplicó una fuente térmica a un lado (cara caliente) de la manta. El lado opuesto de la manta se mantuvo inicialmente a 27 °C de temperatura ambiente, sin viento. Después de calentar la cara caliente a 1000 °C, la superficie opuesta de la manta (cara fría) se registró en la
10 Tabla 9. Los resultados indican que la composición de la presente divulgación logra una reducción de pérdida térmica de un 15 %.

Tabla 9

Muestra	Temperatura de la cara fría (°C)	Perdida térmica W/m ²
P61-0488	73	553
C-1	80	653

15 Biosolubilidad

A continuación por referencia a la Tabla 10, se muestran datos de los ensayos de biosolubilidad. Se realizó un ensayo de solubilidad de flujo a través estático y prolongado de 21 días en solución salina a pH 7,4 para las composiciones mostradas en la Tabla 10. Se sometieron a ensayo simultáneamente dos muestras de cada composición de fibra, con los resultados medios informados. Las muestras de solución salina se analizaron usando el método ICP para medir los niveles de disolución de óxidos a nivel de ppm. Los resultados confirman que las fibras tienen baja biopersistencia. Una composición de fibra de baja biopersistencia se considera una composición de fibra que tiene una velocidad de disolución, en el ensayo de solubilidad de flujo, de al menos 150 ng/cm²h o al menos 170 ng/cm²h o al menos 200 ng/cm²h.
20

25 Las fibras inorgánicas de la presente divulgación tienen una biosolubilidad comparable o mejorada en comparación con las composiciones de fibra C1 y C2 de la técnica anterior. Como se indica mediante las mediciones de área superficial específica, las dimensiones de fibra finas promueven una biosolubilidad aumentada.

30 Resumen de Resultados

Los resultados anteriores destacan que la composición de fibra de la presente divulgación es capaz de producir una fibra refractaria con gran utilidad sin la necesidad de añadir deliberadamente cantidades significativas de aditivos para

mejorar una o más propiedades de la fibra. Este resultado inesperado también permite producir fibras refractarias con una menor huella de carbono debido al número reducido de materias primas necesarias para su producción.

Tabla 10

Descripción de la muestra	Solubilidad estática (solución salina a pH 7,4)	Velocidad de disolución de flujo a través (solución salina a pH 7,4)	Área superficial específica
	(ppm total)	(ng/cm ² h)	(m ² /g)
C-1	230	125	0,1652
C-2	313	379	0,2526
11	378	348	0,2887
16	295	326	0,3375
17	370	-	-
18	208	-	-
19	333	-	-
20	292	-	-
26	473	-	-

5

Sistemas de aislamiento o sellador

En algunas realizaciones, la fibra de la presente divulgación puede usarse como sistema de aislamiento y/o sellador en hornos, estufas y fraguas u otros entornos de alta temperatura. El sistema de aislamiento o sellador puede comprender una capa de material rico en alúmina (por ejemplo, mullita o ladrillos refractarios) y una capa (por ejemplo, manta) de fibras inorgánicas. Los sistemas de aislamiento pueden usarse en hornos usados para:

- producción de artículos de vidrio y cerámica;
- procesos químicos y petroquímicos;
- instalaciones de producción y transformación de hierro y acero; e
- instalaciones de producción y transformación de metales no ferrosos.

La fibra también puede usarse como aislante en escudos térmicos y dispositivos de contaminación (por ejemplo, convertidores catalíticos), donde la no reactividad de las fibras es beneficiosa.

20

Por referencia a la Figura 6, hay una ilustración de un sistema de sellado de una sección de un horno de pan de carbón que comprende una pared de humos 100 y una pared de cabecera 110. Una masilla refractaria que comprende fibra inorgánica de la presente divulgación se usa como sello de esquina 120 para evitar que el coque del pozo de horneado (no mostrado) entre en la junta de expansión vertical 130. En algunas realizaciones, el sello de esquina también puede comprender una manta de fibra inorgánica de la presente divulgación. Las paredes de humos 100 y la pared de cabecera 110, que están en contacto con la masilla refractaria basada en fibra inorgánica y la manta (cuando está presente), están hechas de ladrillo refractario de cara caliente, que comprende un contenido de alúmina que varía de al menos un 42 % en peso de alúmina a al menos un 58 % en peso de alúmina. Un sistema de sellado que comprende fibras inorgánicas de la presente divulgación con un contenido de sílice superior a un 65,7 % en peso es particularmente beneficioso en esta aplicación debido a la no reactividad de las fibras con la alúmina y a las características de baja contracción de las fibras a alta temperatura.

Un ejemplo del sistema de aislamiento de horno se ilustra en la Figura 7, en la que el material de revestimiento aislante 200 está unido a una superficie interior de la pared del horno 210. El material aislante en uso tiene una cara caliente 220 orientada hacia el interior del horno; y una cara fría 230 en contacto con la pared del horno 210, hecha de ladrillos refractarios que comprenden alúmina. El material de revestimiento aislante comprende fibras inorgánicas en forma de mantas, módulos de manta doblados o módulos de alta densidad (por ejemplo, hasta 240 kg/m³), tales como módulos de tipo Pyro-Stack™ o Pyro-Bloc® disponibles en Morgan Advanced Materials.

Otros usos potenciales

Las fibras de la presente divulgación pueden usarse, siempre que cumplan los criterios de rendimiento pertinentes, para cualquier fin para el que se hayan usado hasta la fecha materiales inorgánicos fibrosos, y particularmente materiales de silicato y aluminosilicato alcalinotérreos; y pueden usarse en aplicaciones futuras donde las propiedades de la fibra sean apropiadas. Las fibras y los productos derivados de las mismas de la presente divulgación pueden usarse en aplicaciones que actualmente usan productos disponibles comercialmente, incluyendo, pero sin limitación, SUPERWOOL® PLUS, SUPERWOOL®HT, SUPERWOOL® XTRA™, THERMFRAX®, INSULFRAX 1300 HT,

45

ISOFRAX® 1260, ISOFRAX® 1300, ISOFRAX® 1400, ISOFRAX® LTX™, FINEFLEX BIO™, KCC CERAKWOOL New-Bio™ 1100, CERAKWOOL New-Bio™ 1300, MINYE HB®.

A continuación se hace referencia a una diversidad de documentos de Patente relacionados con aplicaciones en las que pueden usarse las fibras, siempre que se cumplan los criterios de rendimiento pertinentes para la aplicación. Las fibras de la presente divulgación pueden usarse en lugar de las fibras especificadas en cualquiera de estas aplicaciones, siempre que cumplan los criterios de rendimiento pertinentes. Por ejemplo, las fibras pueden usarse como:

- materiales a granel;
 - materiales desechados [WO2013/094113];
 - en una masilla o composición moldeable [WO2013/080455, WO2013/080456] o como parte de un artículo húmedo [WO2012/132271];
 - como componente en conjuntos de materiales cosidos o enredados [WO2010/077360, WO2011/084487], por ejemplo en forma de manta, módulos de manta doblada, o bloques de fibra de alta densidad [WO2013/046052];
 - como componente de conjuntos de materiales no perforados, por ejemplo fieltros, formas conformadas al vacío [WO2012/132469], o papeles [WO2008/136875, WO2011/040968, WO2012/132329, WO2012/132327];
 - como componente (con cargas y/o aglutinantes) de tableros, bloques y formas más complejas [WO2007/143067, WO2012/049858, WO2011/083695, WO2011/083696];
 - como componentes de refuerzo en materiales compuestos tales como, por ejemplo, cementos reforzados con fibra, plásticos reforzados con fibra, y como componente de materiales compuestos de matriz metálica;
 - en estructuras de soporte para pilas de combustible [WO2020047036] o cuerpos de catalizador en dispositivos de control de contaminación tales como convertidores catalíticos de sistemas de escape de automóviles y filtros de partículas diésel [WO2013/015083], incluyendo estructuras de soporte que comprenden:
 - protectores de bordes [WO2010/024920, WO2012/021270];
 - materiales microporosos [WO2009/032147, WO2011019394, WO2011/019396];
 - aglutinantes orgánicos y antioxidantes [WO2009/032191];
 - material intumesciente [WO2009/032191];
 - fibras nanofibriladas [WO2012/021817];
 - microesferas [WO2011/084558];
 - materiales coloidales [WO2006/004974, WO2011/037617]
 - capas de fibras orientadas [WO2011/084475];
 - partes que tienen peso base diferente [WO2011/019377];
 - capas que comprenden diferentes fibras [WO2012065052];
 - fibras revestidas [WO2010122337];
 - estereras cortadas en ángulos especificados [WO2011067598];
- [Nota: todas las características anteriores pueden usarse en aplicaciones distintas de las estructuras de soporte para cuerpos catalíticos]
- como componente de cuerpos catalíticos [WO2010/074711];
 - como componente de materiales de fricción [por ejemplo, para frenos de automóviles [JP56-16578]];
 - un componente en aislamiento, protección contra incendios o materiales de prevención de fugas térmicas en dispositivos de almacenamiento de energía [
 - para protección contra incendios [WO2011/060421, WO2011/060259, WO2012/068427, WO2012/148468, WO2012/148469, WO2013074968];
 - como aislamiento, por ejemplo;
 - como aislamiento para craqueadores de etileno [WO2009/126593], aparato de reformado de hidrógeno [US4690690];
 - como aislamiento en hornos para el tratamiento térmico de metales, incluyendo hierro y acero [US4504957];
 - como aislante en aparatos para fabricar cerámica.

Las fibras también pueden usarse en combinación con otros materiales. Por ejemplo, las fibras pueden usarse en combinación con fibras policristalinas (sol-gel) [WO2012/065052] o con otras fibras biosolubles [WO2011/037634].

Los cuerpos que comprenden las fibras también pueden usarse en combinación con cuerpos formados de otros materiales. Por ejemplo, en aplicaciones de aislamiento, una capa de material de acuerdo con la presente divulgación [por ejemplo, una manta o tablero] puede fijarse a una capa de aislamiento que tenga una menor temperatura máxima de uso continuo [por ejemplo, una manta o tablero de fibras de silicato alcalinotérrico] [WO2010/120380, WO2011133778]. La fijación de las capas juntas puede realizarse mediante cualquier mecanismo conocido, por ejemplo, anclajes de manta fijados dentro de las mantas [US4578918], o tornillos de cerámica que pasan a través de las mantas [véase, por ejemplo, DE3427918-A1].

Tratamiento de las fibras

En la formación de las fibras o con posterioridad, pueden tratarse aplicando materiales a las fibras. Por ejemplo:

- 5 • pueden aplicarse lubricantes a las fibras para ayudar a la perforación u otro procesamiento de las fibras;
- pueden aplicarse revestimientos a las fibras para que actúen como aglutinantes;
- pueden aplicarse revestimientos a las fibras para proporcionar un refuerzo u otro efecto, por ejemplo fosfatos [WO2007/005836] óxidos metálicos [WO2011159914] y materiales coloidales tales como alúmina, sílice y dióxido de circonio [WO2006/004974];
- 10 • pueden aplicarse aglutinantes a las fibras para unir las fibras después de la incorporación a un cuerpo que comprende tales fibras.

Numerosas variantes, formas de producto, usos y aplicaciones de las fibras de la presente divulgación serán evidentes para el experto en la materia y se pretende que estén incluidas en la presente divulgación.

- 15 Mediante la provisión de fibras biosolubles que tienen una temperatura máxima de uso continuo mayor que las fibras de silicato alcalinotérreo, la presente descripción amplía la gama de aplicaciones para las que pueden usarse fibras biosolubles. Para numerosas aplicaciones, esto reduce la necesidad actual de usar fibras que no son biosolubles.

- 20 Para evitar cualquier duda, se ha de observar que en la presente memoria descriptiva se considera que el término "comprende", en relación con una composición, tiene el significado de incluir, contener, o abarcar, y permitir que estén presentes otros ingredientes. Los términos "comprende" y "comprender" se han de entender de manera similar. También se ha de observar que no se realiza ninguna reivindicación de ninguna composición en la que la suma de los componentes supere el 100 %.

- 25 Cuando se hace referencia en el presente documento a un documento de Patente u otro documento, su contenido se incorpora en el presente documento por referencia en la medida permitida por la legislación nacional.

- 30 Se ha de entender que el uso de composiciones con los nombres de óxidos no implica que estos materiales se suministren como tales, sino que se refiere a que la composición de la fibra final expresa los elementos pertinentes como óxidos. Los materiales en cuestión pueden proporcionarse en su totalidad o en parte como óxidos mixtos, compuestos con componentes fugaces (por ejemplo, suministrados como carbonatos) o como componentes que no son óxidos.

- 35 Las expresiones óxidos y/o no óxidos metálicos incluyen todas las formas metálicas, incluyendo fosfatos, sulfatos, haluros o sulfuros.

REIVINDICACIONES

1. Fibras inorgánicas para aislamiento térmico que tienen una composición que comprende:
- 5 de un 61,0 a un 70,8 % en peso de SiO_2 ;
de un 27,0 a un 38,9 % en peso de CaO ;
de un 0,10 a un 2,0 % en peso de MgO ; y
opcionalmente, una cantidad de otros componentes que proporciona el resto hasta un 100 % en peso,
- 10 en donde una suma de SiO_2 y CaO es mayor o igual que un 97,8 % en peso y en donde la cantidad de los otros componentes, cuando están presentes, comprende no más de un 0,80 % en peso de Al_2O_3 .
2. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la suma de SiO_2 y CaO es mayor o igual que un 97,9 % en peso.
- 15 3. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la suma de SiO_2 y CaO es mayor o igual que un 98,0 % en peso.
4. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la suma de SiO_2 y CaO es mayor o igual que un 98,2 % en peso.
- 20 5. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la suma de SiO_2 y CaO es mayor o igual que un 98,4 % en peso.
- 25 6. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la suma de SiO_2 y CaO es mayor o igual que un 98,6 % en peso.
7. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la composición comprende menos de un 1,0 % en peso de MgO .
- 30 8. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la composición comprende menos de un 0,90 % en peso de MgO .
9. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la composición comprende menos de un 0,85 % en peso de MgO .
- 35 10. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde los otros componentes comprenden no más de un 0,75 % en peso de Al_2O_3 .
- 40 11. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde los otros componentes comprenden no más de un 0,7 % en peso de Al_2O_3 .
12. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde los otros componentes comprenden no más de un 0,4 % en peso de óxidos de metal alcalino.
- 45 13. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde los otros componentes comprenden no más de un 0,35 % en peso de óxidos de metal alcalino.
14. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de la reivindicación 1, en donde los otros componentes comprenden no más de un 0,20 % en peso de óxidos de metal alcalino.
- 50 15. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde los otros componentes representan al menos un 0,3 % en peso de la composición de las fibras inorgánicas.
- 55 16. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde los otros componentes comprenden un intervalo de un 0,1 a un 1,4 % en peso de la suma de $\text{BaO} + \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{HfO}_2 + \text{La}_2\text{O}_3 + \text{Mn}_3\text{O}_4 + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} + \text{P}_2\text{O}_5 + \text{SrO} + \text{SnO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{V}_2\text{O}_5 + \text{ZrO}_2 + \text{ZnO}$.
- 60 17. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde los otros componentes comprenden un intervalo de un 0,1 a un 1,2 % en peso de la suma de $\text{BaO} + \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{HfO}_2 + \text{La}_2\text{O}_3 + \text{Mn}_3\text{O}_4 + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} + \text{P}_2\text{O}_5 + \text{SrO} + \text{SnO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{V}_2\text{O}_5 + \text{ZrO}_2 + \text{ZnO}$.
- 65 18. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde los otros componentes comprenden un intervalo de un 0,1 a un 1,0 % en peso de la suma de $\text{BaO} + \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{HfO}_2 + \text{La}_2\text{O}_3 + \text{Mn}_3\text{O}_4 + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} + \text{P}_2\text{O}_5 + \text{SrO} + \text{SnO}_2 + \text{TiO}_2 + \text{V}_2\text{O}_5 + \text{ZrO}_2 + \text{ZnO}$.

19. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde los otros componentes comprenden un intervalo de un 0,1 a un 0,8 % en peso de la suma de BaO + Cr₂O₃ + Fe₂O₃ + HfO₂ + La₂O₃ + Mn₃O₄ + Na₂O + K₂O + P₂O₅ + SrO + SnO₂ + TiO₂ + V₂O₅ + ZrO₂ + ZnO.
- 5 20. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde los otros componentes comprenden no más de un 1,2 % en peso de la composición de fibra.
21. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la suma de SiO₂, CaO y MgO es mayor o igual que un 98,5 % en peso.
- 10 22. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la suma de SiO₂, CaO y MgO es mayor o igual que un 99,0 % en peso.
- 15 23. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la suma de SiO₂, CaO y MgO es mayor o igual que un 99,3 % en peso.
24. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las fibras inorgánicas comprenden un diámetro de fibra media aritmética que es menos de 4,0 μm.
- 20 25. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las fibras inorgánicas comprenden un contenido de material no fibroso (> 45 μm) en el intervalo de 0 a un 41 % en peso.
- 25 26. Las fibras inorgánicas para aislamiento térmico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la composición comprende un 65,7 % en peso o superior de la suma de SiO₂ + ZrO₂.
27. Un sistema de aislamiento o sellador que comprende:
- 30 a. un componente refractario que comprende una superficie de contacto; y
 b. un revestimiento aislante o material sellador que comprende fibras inorgánicas que tienen una composición de acuerdo con la reivindicación 26, en donde el revestimiento aislante o material sellador está dispuesto contra a la superficie de contacto.
- 35 28. El sistema de aislamiento o sellador de la reivindicación 27, en donde el componente refractario comprende mullita.
29. El sistema de aislamiento o sellador de acuerdo con la reivindicación 27 o 28, en donde el componente refractario comprende al menos un 20 % en peso de alúmina.
- 40 30. El sistema de aislamiento o sellador de acuerdo con la reivindicación 29, en donde el componente refractario comprende al menos un 40 % en peso de alúmina.
- 45 31. El sistema de aislamiento o sellador de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 27 a 30, en donde el componente refractario comprende mortero refractario, masilla refractaria, cemento refractario, tablero refractario, fibra refractaria o ladrillos refractarios.
- 50 32. Un horno, estufa o fragua que comprende el sistema de aislamiento o sellador de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 27 a 31.
33. Una manta aislante que comprende las fibras inorgánicas de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 26.

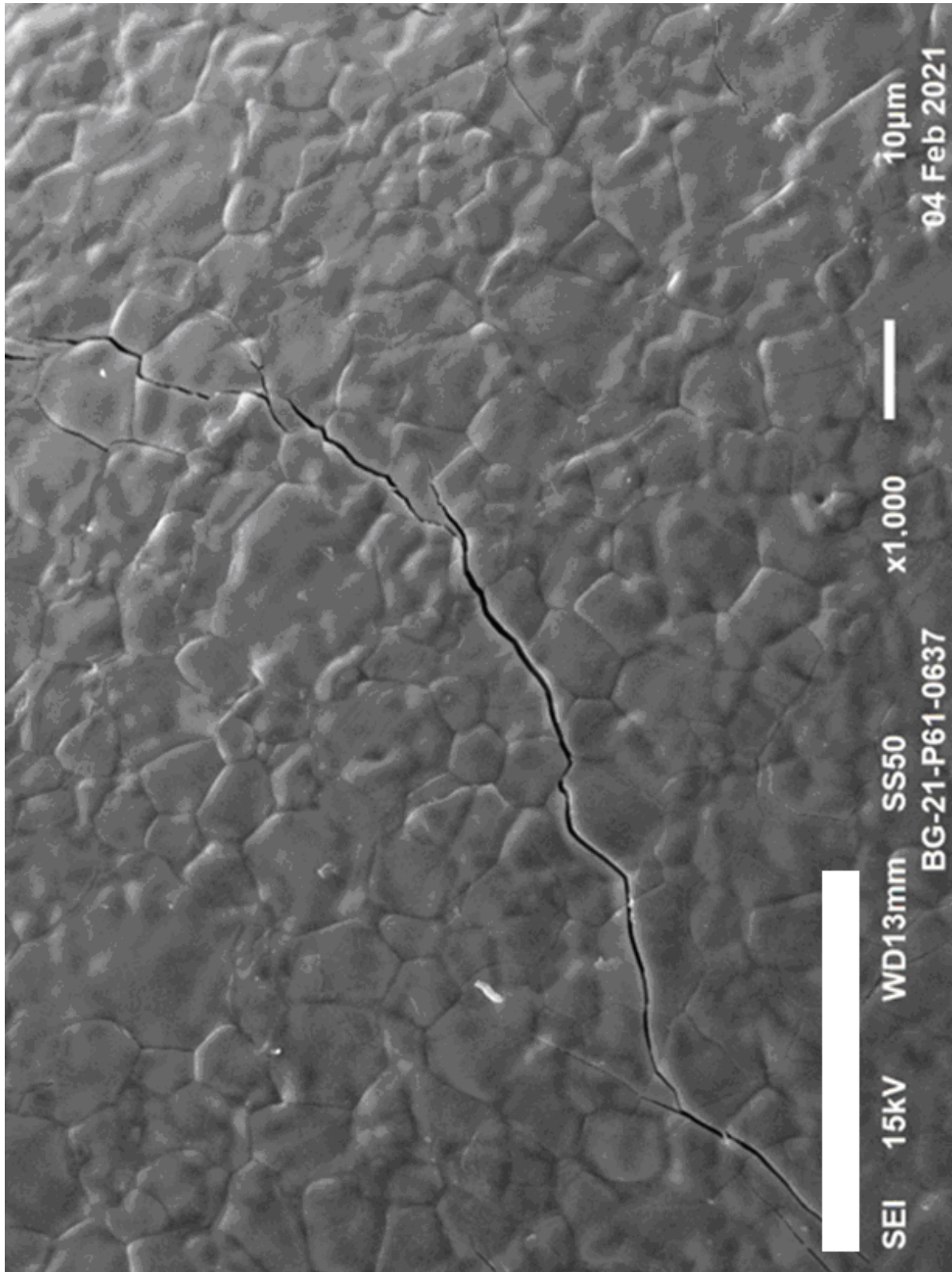


Figura 1

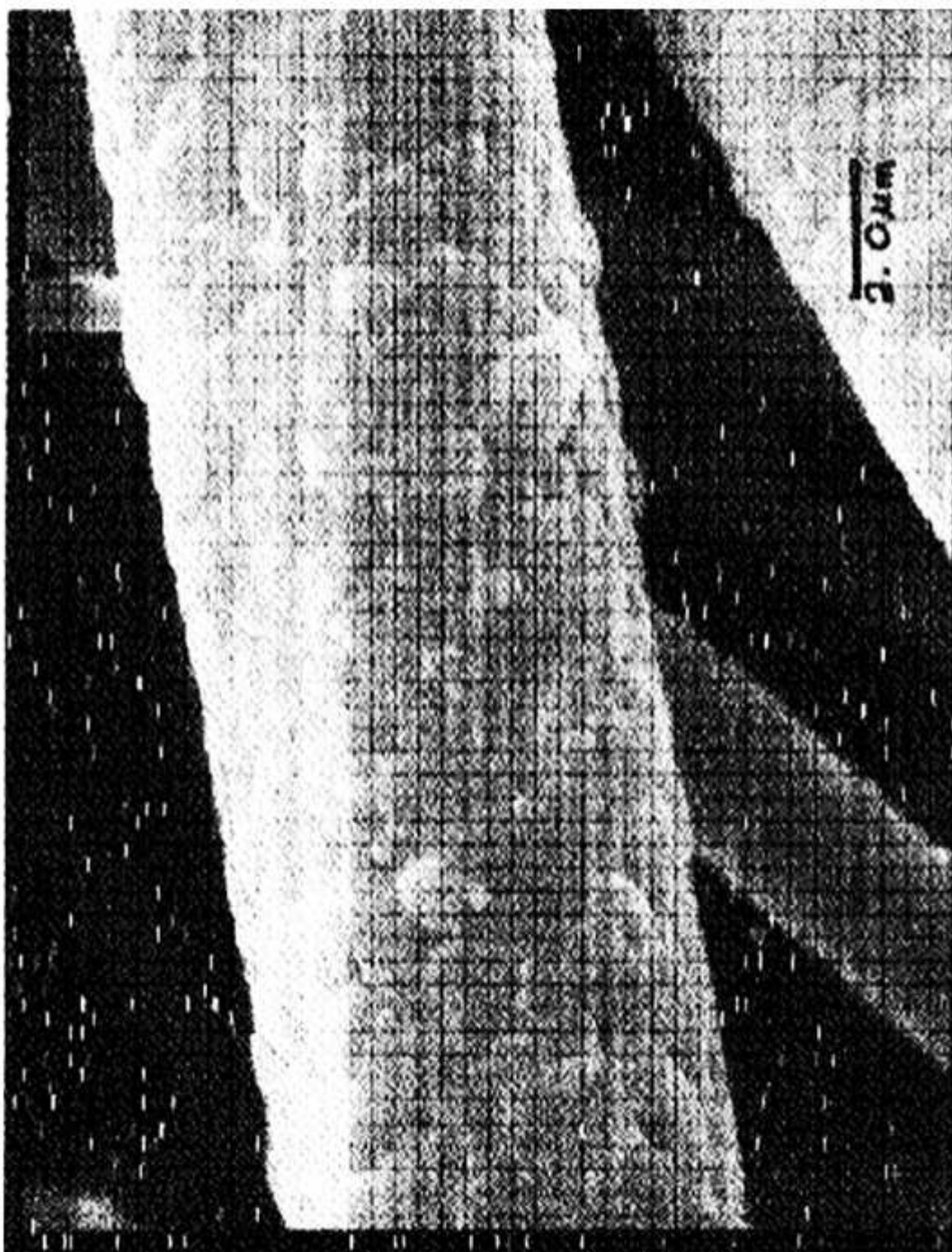


Figura 2 (Técnica anterior)

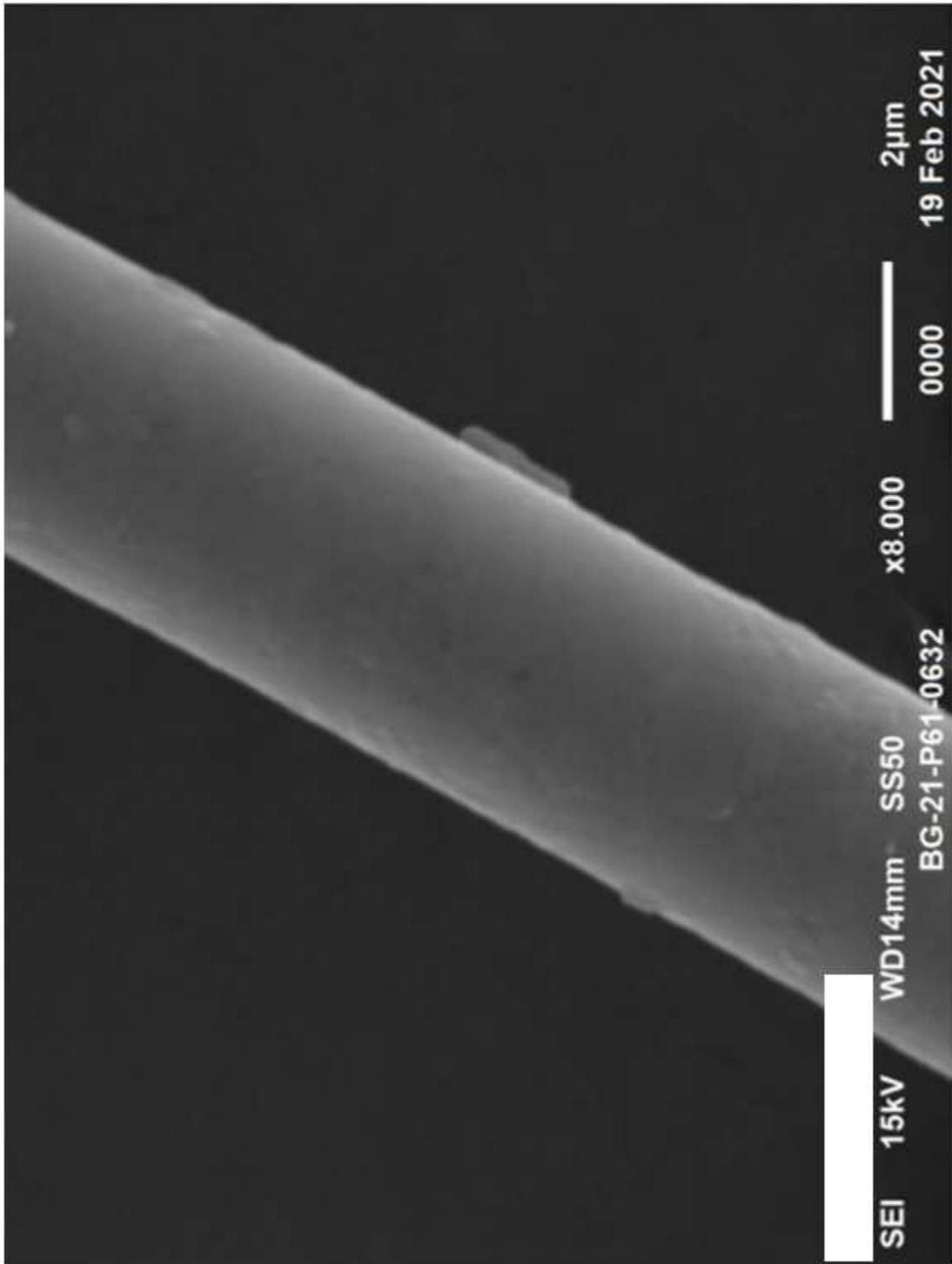


Figura 3a

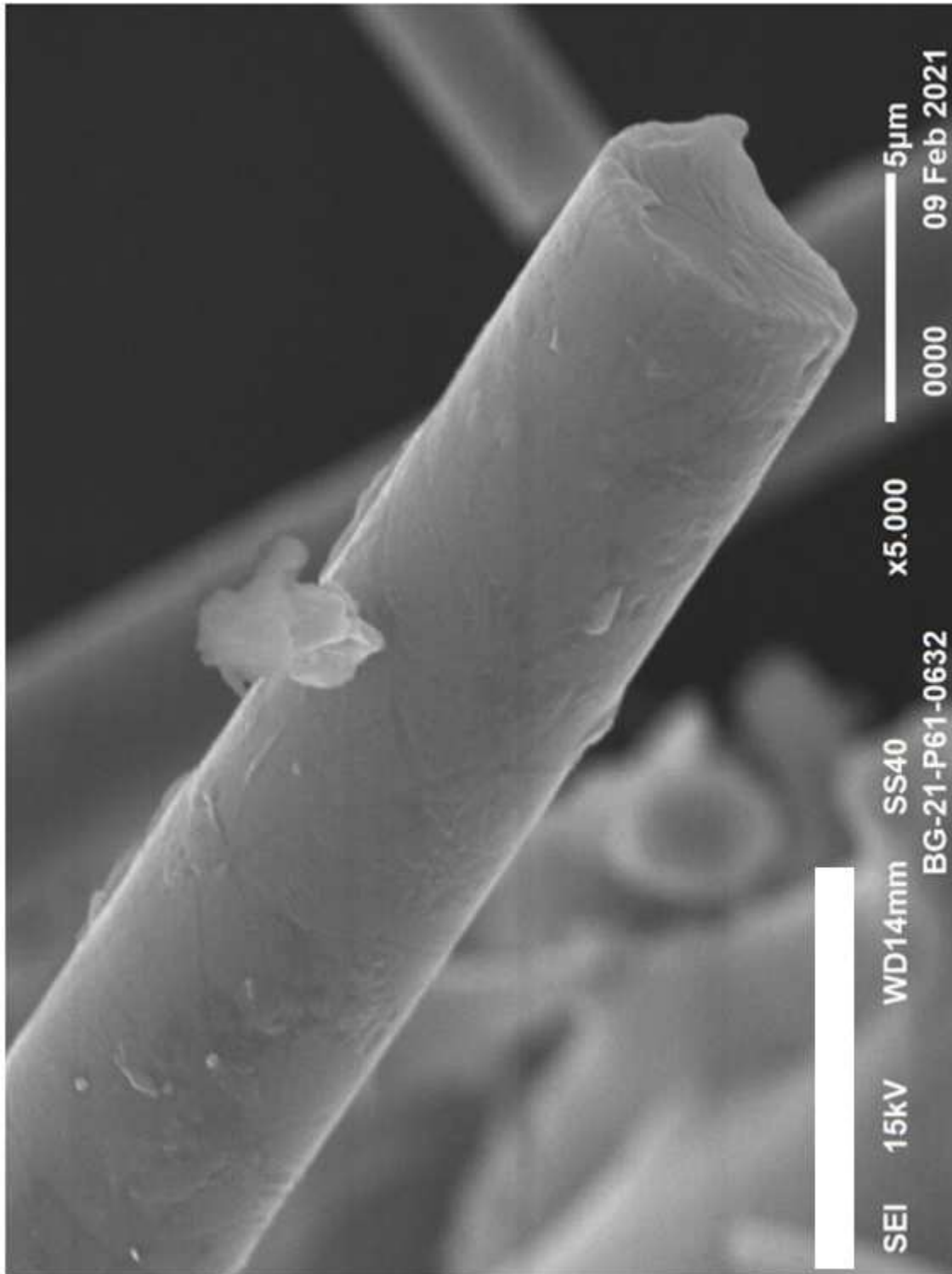


Figura 3b

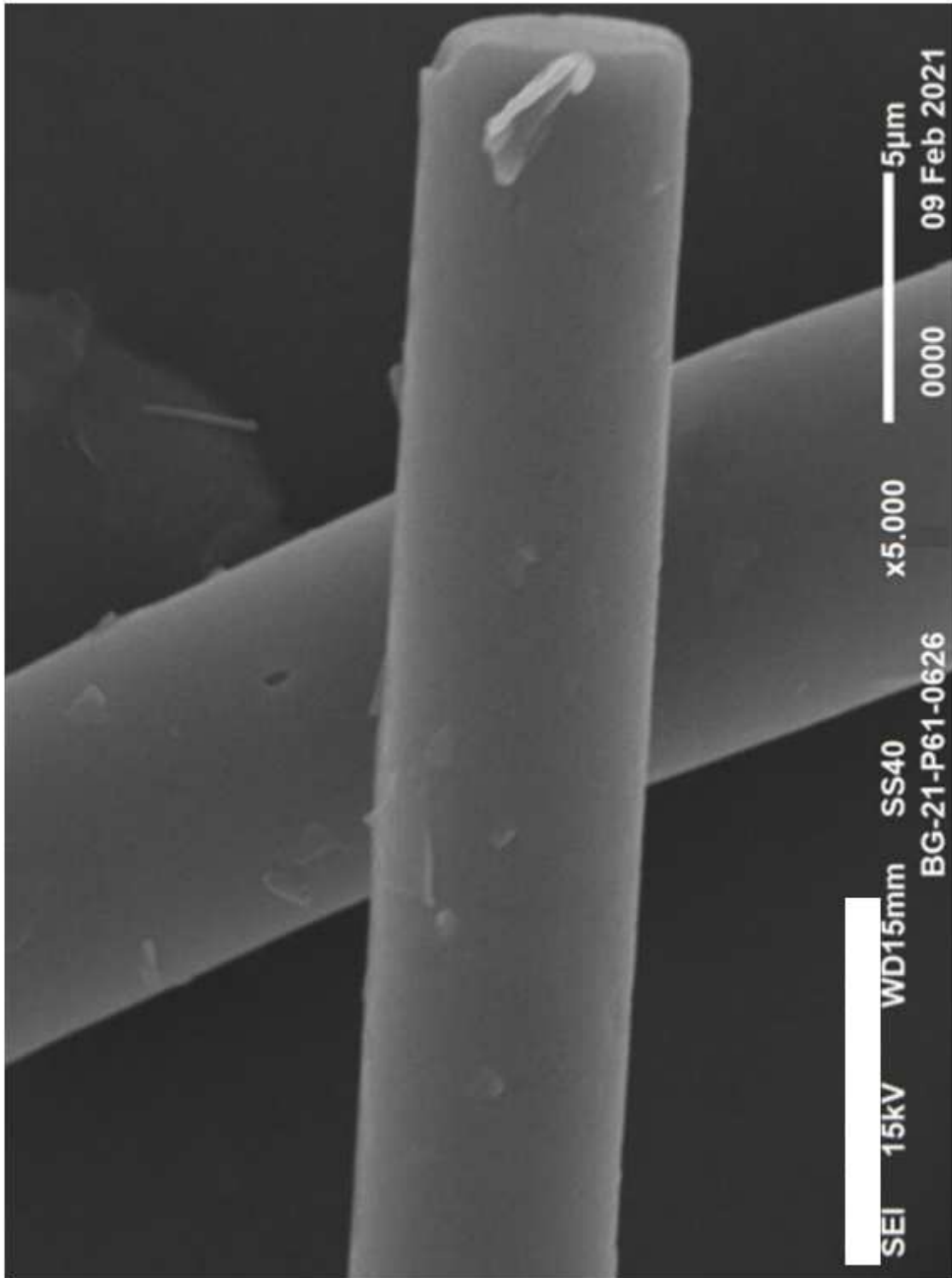


Figura 3c

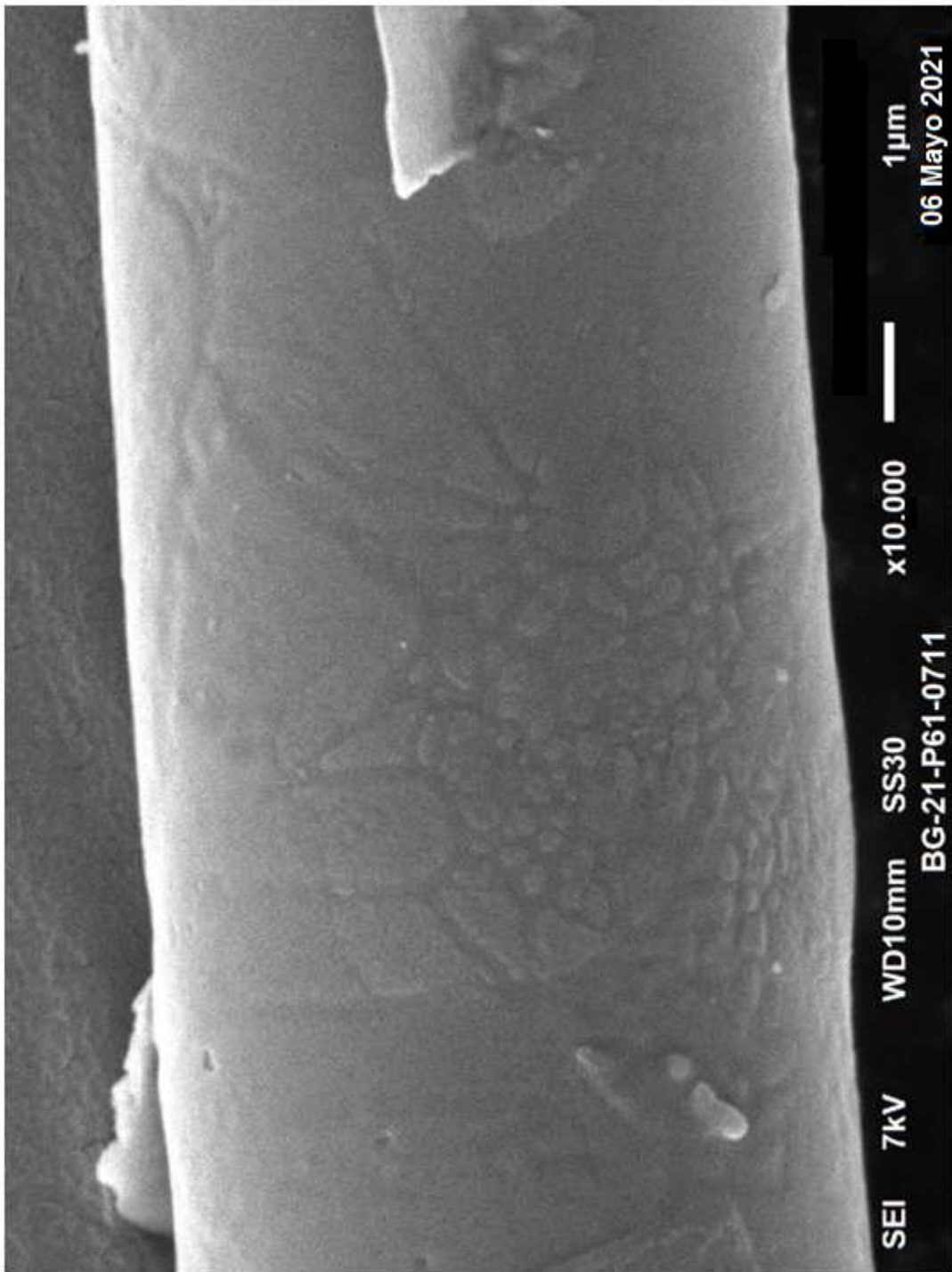


Figura 3d

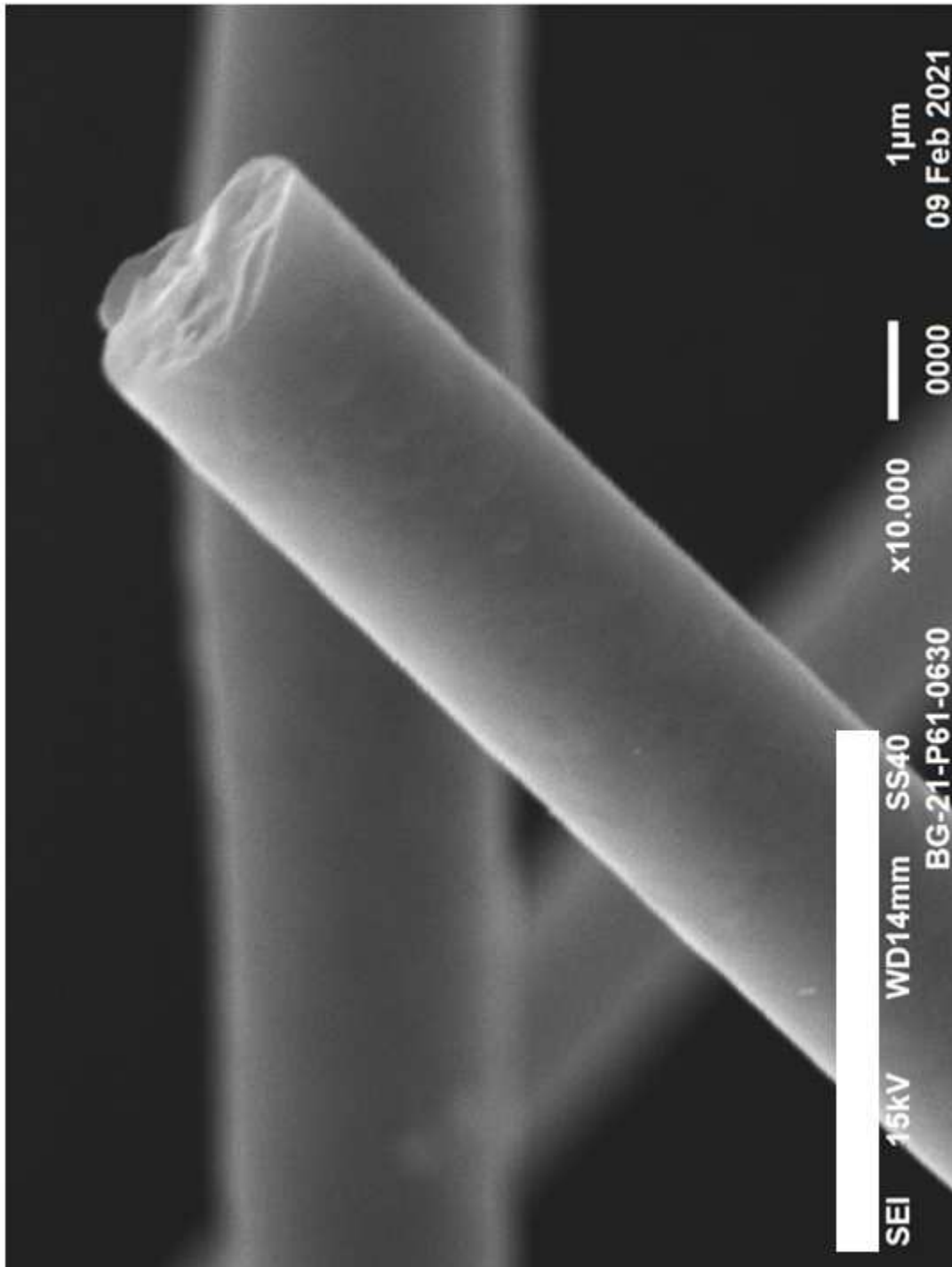


Figura 4a

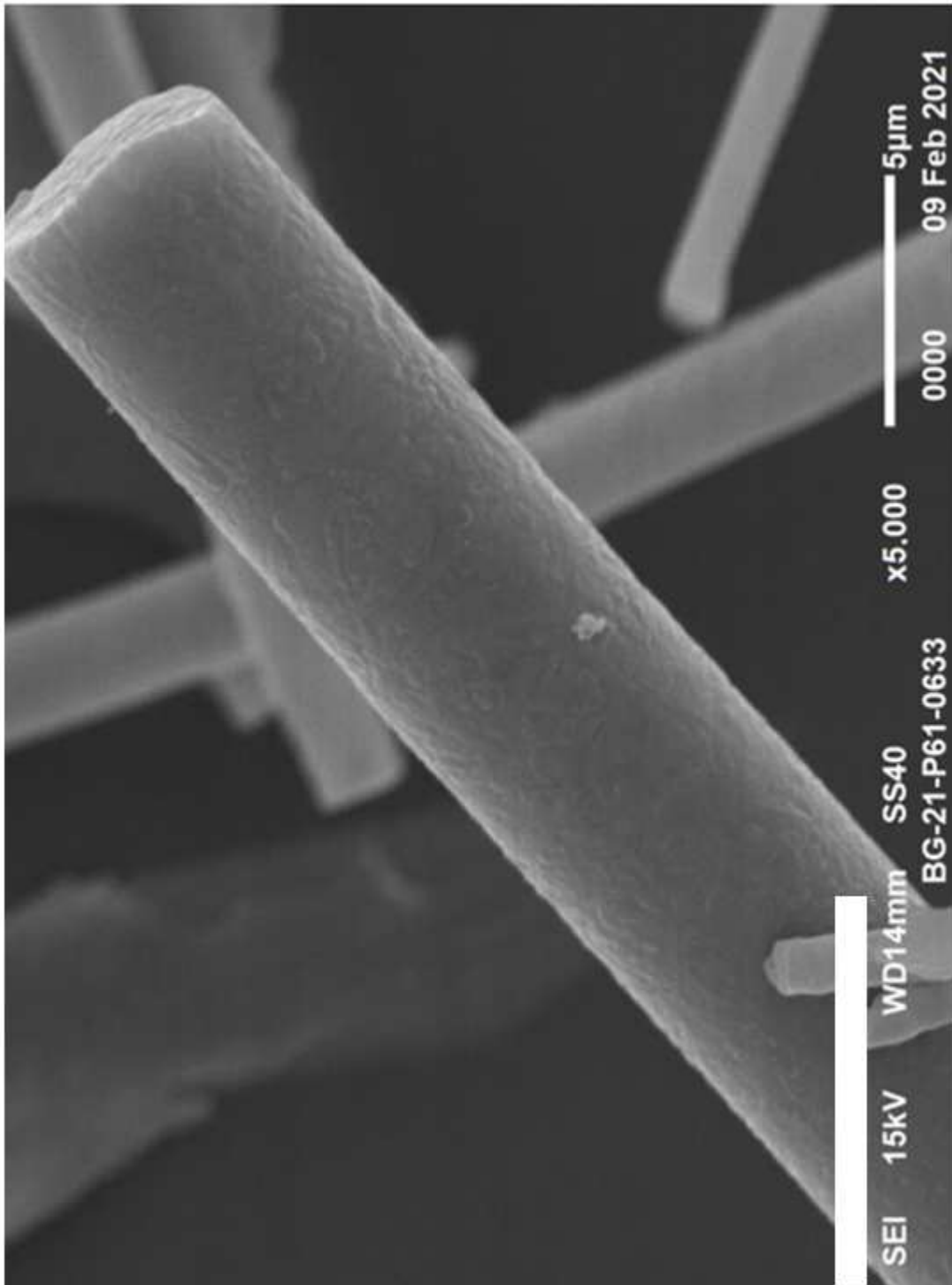


Figura 4b

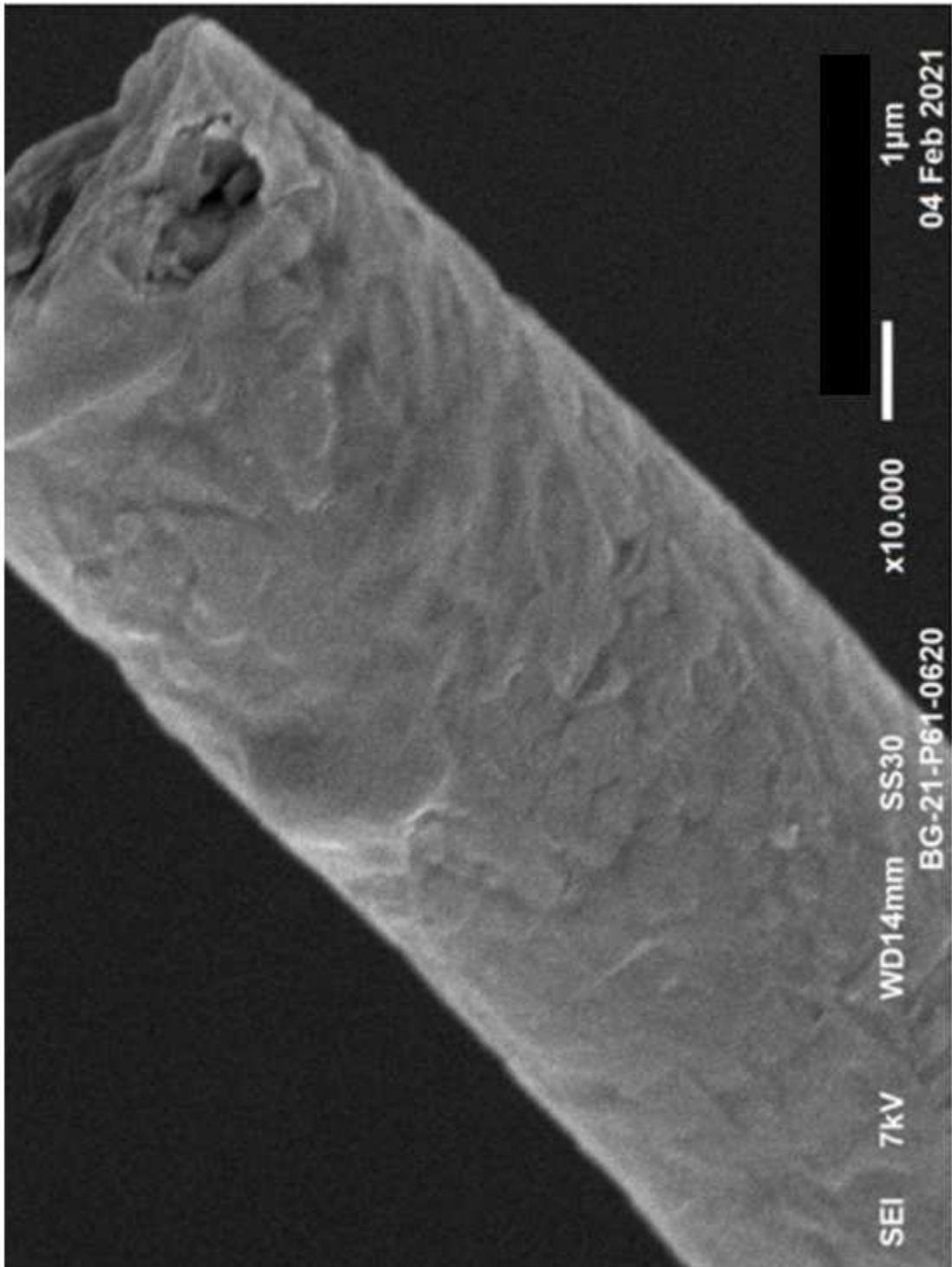


Figura 4c

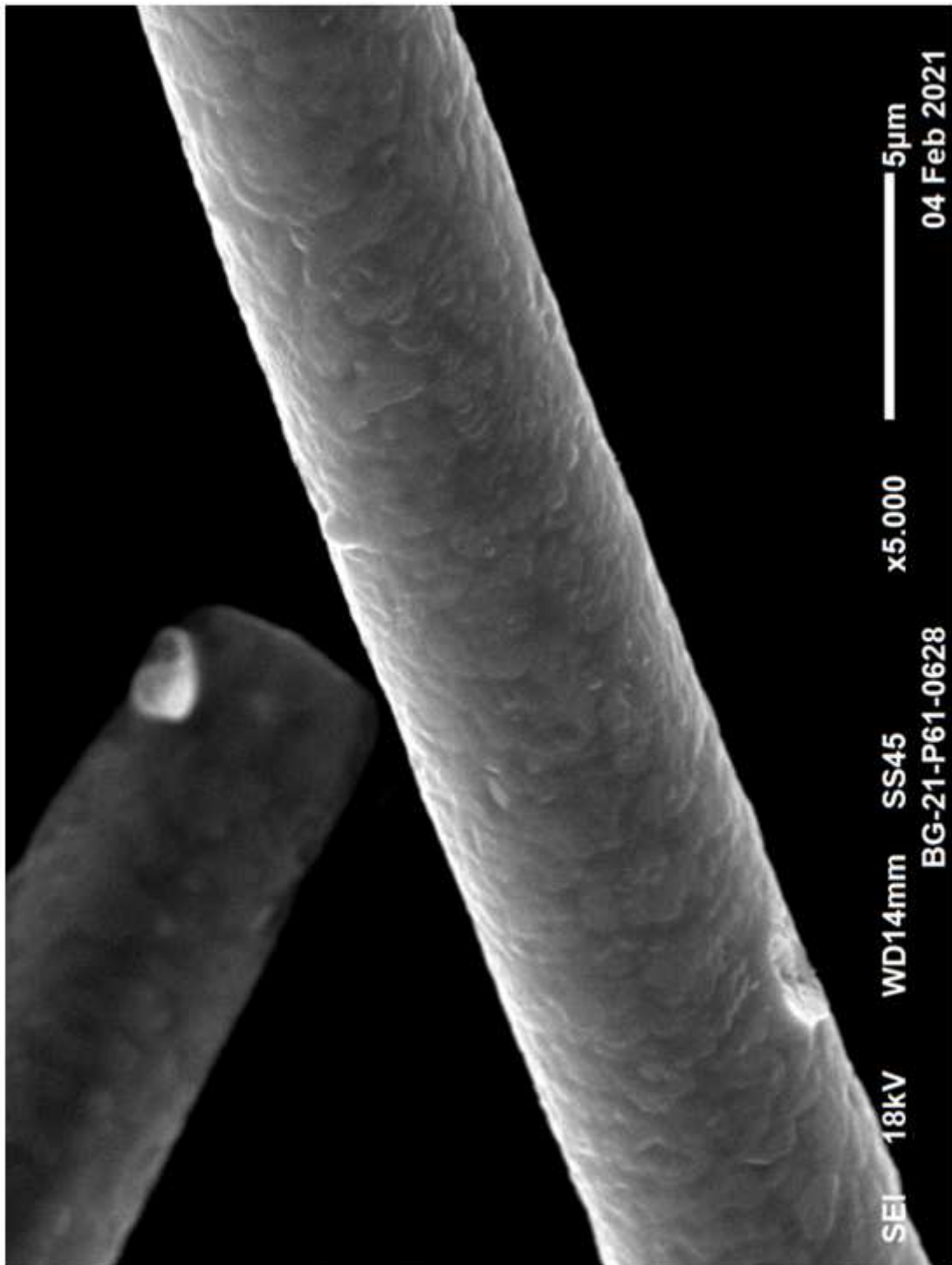


Figura 4d

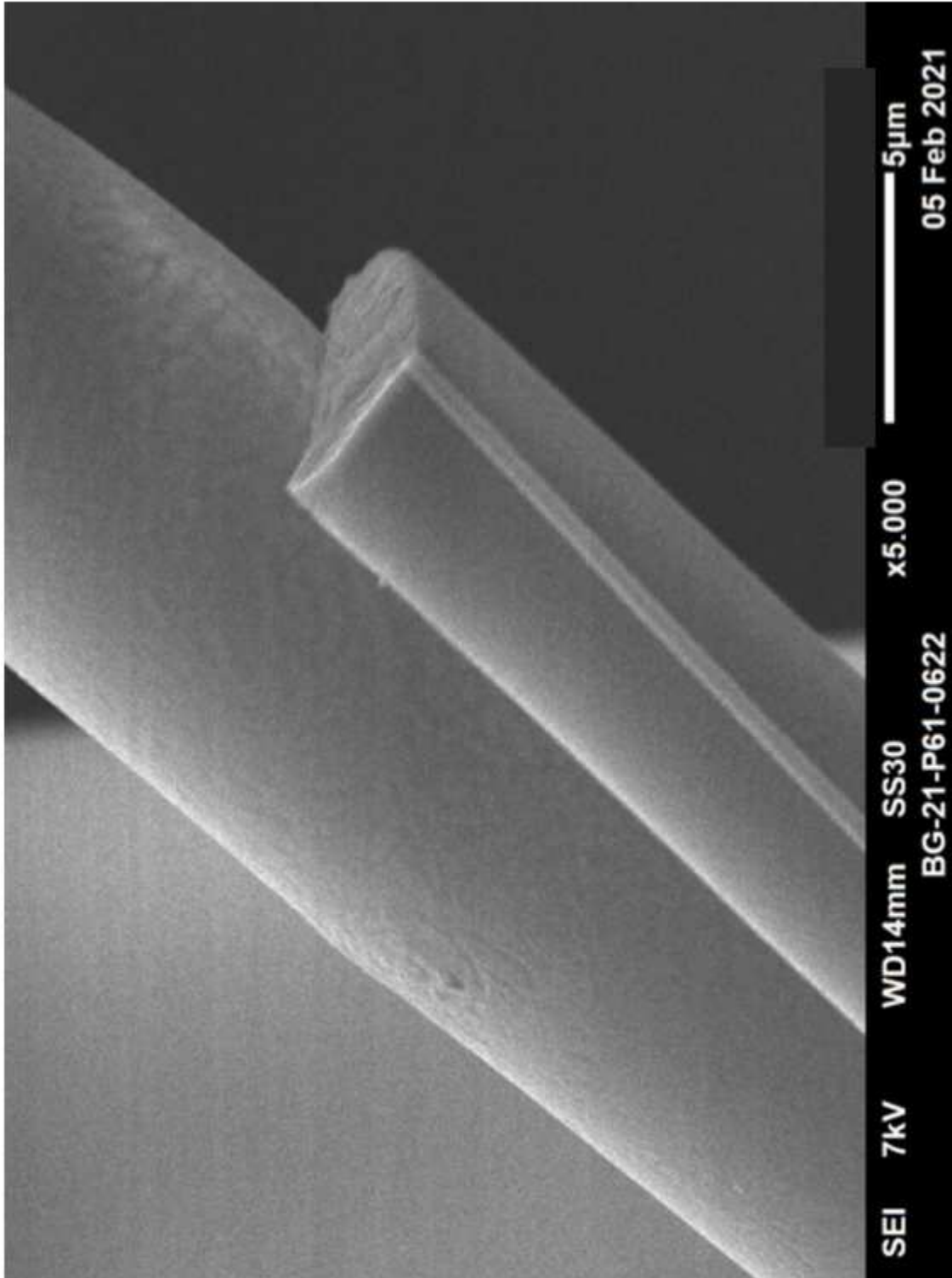


Figura 5a

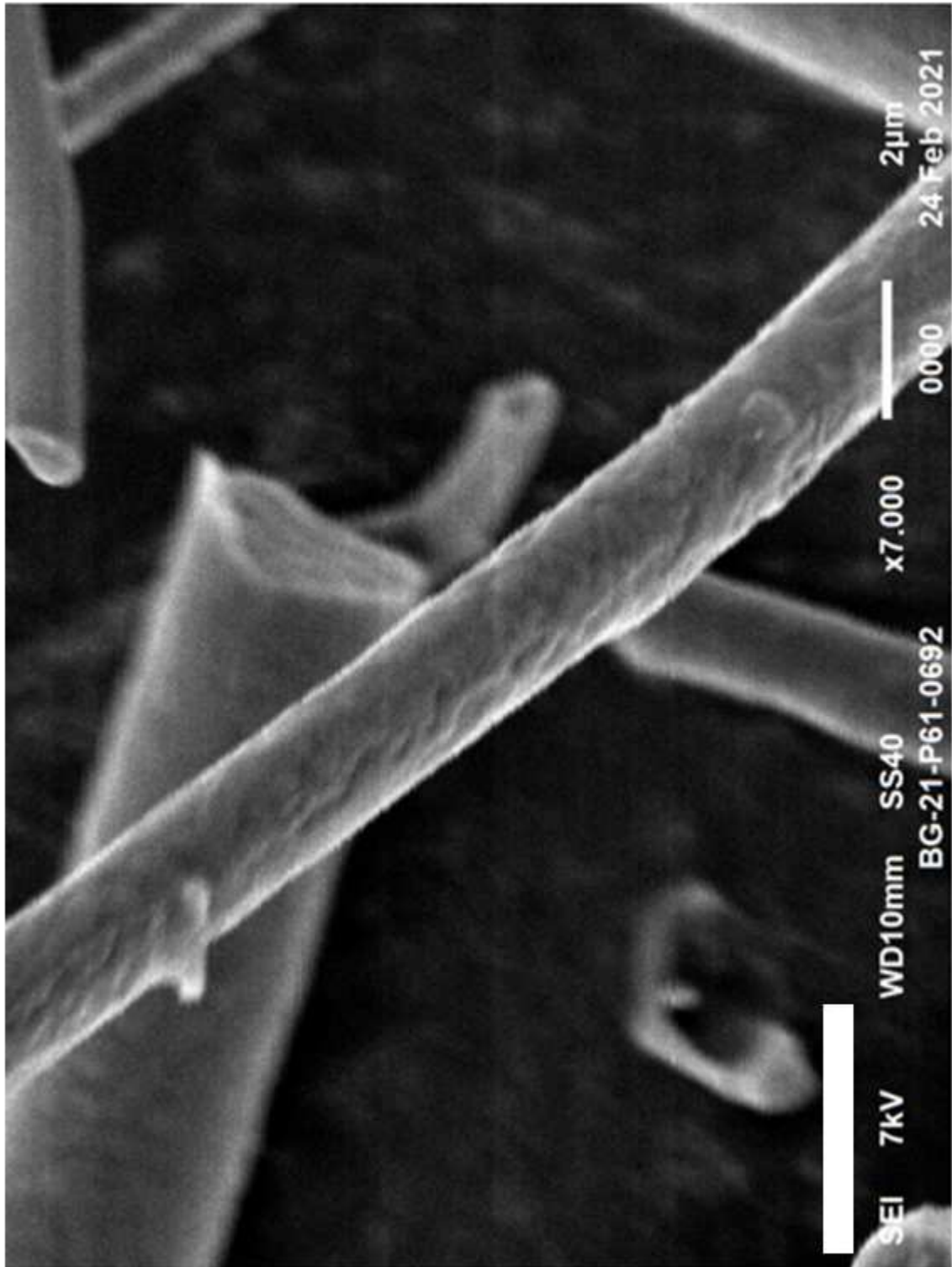


Figura 5b

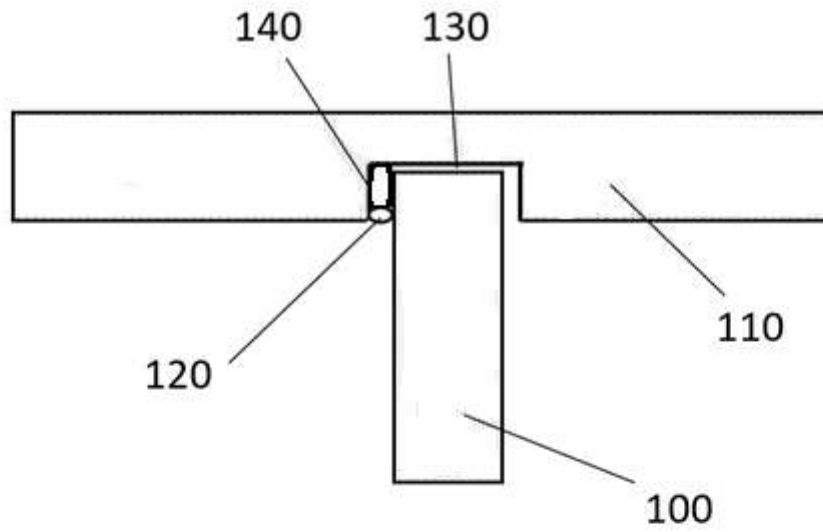


Figura 6

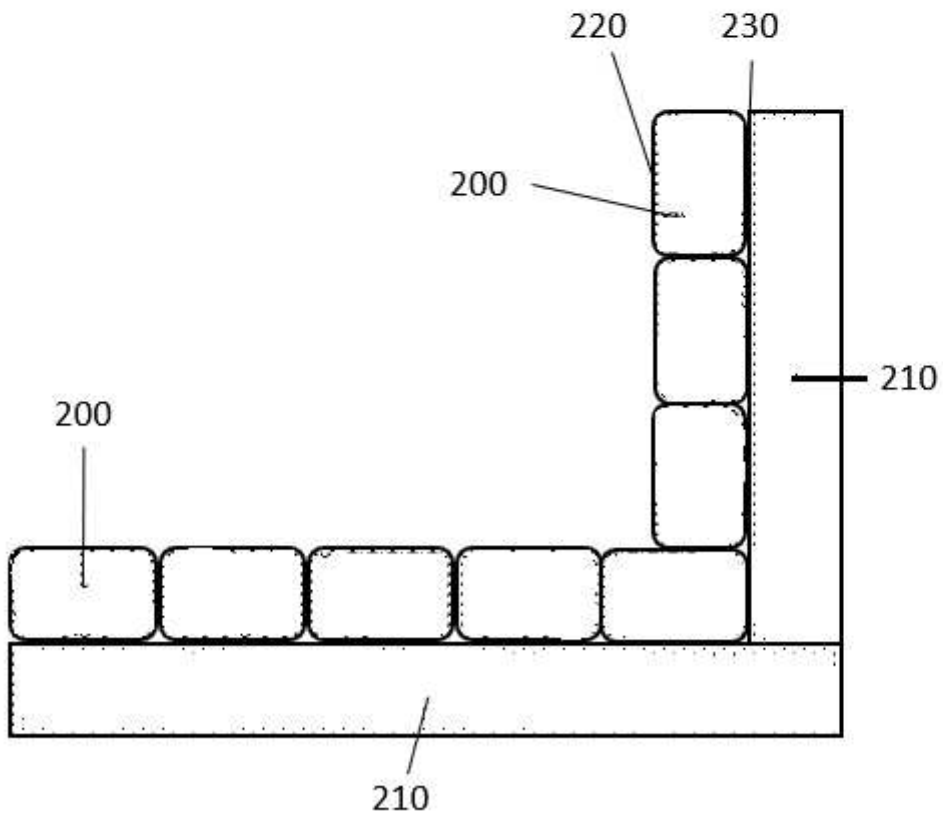


Figura 7