

РСТВСЕМИРНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
Международное бюроМЕЖДУНАРОДНАЯ ЗАЯВКА, ОПУБЛИКОВАННАЯ В СООТВЕТСТВИИ
С ДОГОВОРом О ПАТЕНТНОЙ КООПЕРАЦИИ (РСТ)

(51) Международная классификация изобретения⁵: C03B 37/00	A1	(11) Номер международной публикации: WO 93/17975 (43) Дата международной публикации: 16 сентября 1993 (16.09.93)
(21) Номер международной заявки: PCT/RU93/00063 (22) Дата международной подачи: 11 марта 1993 (11.03.93) (30) Данные о приоритете: 5031919 12 марта 1992 (12.03.92) RU (71)(72) Заявитель и изобретатель: КИБОЛ Виктор Фёдорович [RU/RU]; Дзержинск 606034, ул. Строителей, д. 4а, кв. 55 (RU) [KIBOL, Viktor Fedorovich, Dzerzhinsk (RU)]. (74) Агент: «СОЮЗПАТЕНТ»; Москва 103735, ул. Ильинка, д. 5/2 (RU) [«SOJUZPATENT», Moscow (RU)]. (81) Указанные государства: BG, CA, CZ, FI, HU, JP, KR, MN, NO, NZ, PL, SK, US, европейский патент (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Опубликована <i>С отчетом о международном поиске</i>		
(54) Title: METHOD OF MAKING BASALT FIBRE (54) Название изобретения: СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БАЗАЛЬТОВОГО ВОЛОКНА (57) Abstract A method is proposed which includes feeding basalt rock to the melting zone, heating it in that zone up to a temperature of 1500-1600 °C and obtaining the melt. Then the melt is fed to a homogenization zone from which the homogenized melt having the viscosity of 100 poises comes to the fibre forming zone, where the drawing of the fibers is effected at a speed exceeding 3500 m/min.		

Предложен способ, который включает подачу базальтовой породы в зону плавления, нагрев ее в этой зоне при температуре 1500-1600^оС и получение расплава. Затем расплав подают в зону гомогенизации, откуда гомогенизированный расплав, имеющий вязкость более 100 Пуаз, поступает в зону формирования волокна, где вытягивание волокон ведут со скоростью, превышающей 3500 м/мин.

ИСКЛЮЧИТЕЛЬНО ДЛЯ ЦЕЛЕЙ ИНФОРМАЦИИ

Коды, используемые для обозначения стран-членов РСТ на титульных листах брошюр, в которых публикуются международные заявки в соответствии с РСТ.

AT	Австрия	FR	Франция	MW	Малави
AU	Австралия	GA	Габон	NL	Нидерланды
BB	Барбадос	GB	Великобритания	NO	Норвегия
BE	Бельгия	GN	Гвинея	NZ	Новая Зеландия
BF	Буркина Фасо	GR	Греция	PL	Польша
BG	Болгария	HU	Венгрия	PT	Португалия
BJ	Бенин	IE	Ирландия	RO	Румыния
BR	Бразилия	IT	Италия	RU	Российская Федерация
CA	Канада	JP	Япония	SD	Судан
CF	Центральноафриканская Республика	KR	Корейская Народно-Демократическая Республика	SE	Швеция
CG	Конго	KR	Корейская Республика	SK	Словацкая Республика
CH	Швейцария	KZ	Казахстан	SN	Сенегал
CI	Кот д'Ивуар	LI	Лихтенштейн	SU	Советский Союз
CM	Камерун	LK	Шри Ланка	TD	Чад
CS	Чехословакия	LU	Люксембург	TG	Того
CZ	Чешская Республика	MC	Монако	UA	Украина
DE	Германия	MG	Мадагаскар	US	Соединённые Штаты Америки
DK	Дания	ML	Мали	VN	Вьетнам
ES	Испания	MN	Монголия		
FI	Финляндия	MR	Мавритания		

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БАЗАЛЬТОВОГО ВОЛОКНА

Область техники

Настоящее изобретение относится к технологии получения минеральных волокон из расплавов горных пород, а более точно - к способу получения базальтового волокна.

Предшествующий уровень техники

Рост объемов производства стеклянных волокон за последнее время сдерживается возрастающим дефицитом исходного сырья, в частности кварцевых песков, соды, сульфата бора.

С целью покрытия дефицита в исходном сырье с одновременным увеличением химической стойкости, температуростойкости и модуля упругости волокон был разработан способ получения волокон из горных пород, типа базальтов, которые широко распространены в природе.

Базальтовые волокна по ряду основных свойств превосходят стеклянные по щелочестойкости, по кислотостойкости. Так, устойчивость базальтового волокна после кипячения в соляной кислоте составляет 82%, алюмоборсиликатного лишь 54%. Модуль упругости базальтового непрерывного волокна также приблизительно в 1,5 раза выше, чем у стеклянного. Термостойкость базальтового непрерывного волокна на 250⁰С больше, чем у алюмосиликатного. При пребывании в 100% относительной влажности в течение 64 суток прочность базальтового непрерывного волокна практически не меняется, тогда как волокна алюмоборсиликатного состава теряют 30% прочности.

Известен способ получения стеклянного волокна (см. авторское свидетельство СССР № 500192, СОЗВ, 37/02, 1976). Известный способ включает расплавление кварцевого песка, соды, сульфата бора в зоне плавления, гомогенизацию расплава, вытяжку из полученного расплава непрерывных стекловолокон путем намотки их на бобину, нанесение замаслевателя на вытягиваемую непрерывную нить с последующей ее сушкой. В результате диаметр полученных непрерывных стекловолокон составляет 3-5 микрон.

Однако использование известного способа для получения волокон из базальтов не представляется возможным, так как базальт и его расплав окрашены в темный цвет окислами железа,

- 2 -

что уменьшает теплопрозрачность расплава базальта, а следовательно и температурный интервал получения базальтовых волокон. Кроме того, за время пребывания в зоне расплава базальтовый расплав не успевает термически гомогенизироваться. Процесс
5 вытягивания волокон длится доли секунды, а зона получения волокна определяется миллиметрами, поэтому качество базальтовых нитей, получаемых из этих волокон, остается невысоким из-за их низкой эластичности.

Известен способ изготовления волокна из расплава горных пород (см. авторское свидетельство СССР № 461909, СОЗВ, 37/00,
10 1975), по которому волокно получают при температуре расплава $1200-1300^{\circ}\text{C}$ и его вязкости 100 ПЗ. Полученные волокна обладают низкой термостойкостью и большим средним диаметром элементарной нити выше 14 микрон, получаемой из этих волокон,
15 что не позволяет ее использовать для изготовления высокотемпературных фильтров, применяемых для улавливания цветных или других металлов в отходящих газах.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому эффекту является способ получения волокна из расплава горных пород типа базальтов (см. журнал СССР "Строительные материалы и конструкции", 1986, № 3, Киев, Д.Д.Джигирис, В.Ф.Кибол, И.Г.Первак, Л.Н.Бомбырь, статья "Производство непрерывного базальтового волокна", с.11-12).

Известный способ заключается в следующем. Базальтовую породу подают в зону плавления плавильной печи, где поддерживают
25 температуру $1450 \pm 10^{\circ}\text{C}$, и получают расплав, который поступает в зону гомогенизации печи. В указанной зоне поддерживают температуру 1200°C , превышающую температуру кристаллизации полученного расплава. Затем расплав из зоны гомогенизации подают в зону формирования волокна, и вытягивание волокон ведут
30 со скоростью 2135-3200 м/мин при вязкости расплава в зоне формирования волокна менее 100 ПЗ.

Недостатком данного способа является большой диаметр получаемой комплексной нити, превышающий 11 микрон, из-за относительно низкой скорости ее вытягивания 3200 м/мин. Увеличение скорости вытягивания приводит к ее отрыву.
35

Раскрытие заявленного изобретения

В основу изобретения положена задача создать способ получения базальтового волокна, в котором за счет изменения параметров процесса обеспечивалось бы получение волокна с улучшенными физико-механическими свойствами.

Поставленная задача решается тем, что в способе получения волокна, включающем подачу базальтовой породы в зону плавления, нагрев ее до температуры плавления и получения расплава, подачу полученного расплава в зону гомогенизации, в которой поддерживают температуру, превышающую температуру кристаллизации расплава, подачу гомогенизованного расплава в зону формирования волокна, вытягивание из расплава непрерывных волокон, согласно изобретению, нагрев базальтовой породы ведут при температуре 1500-1600⁰С, вытягивание непрерывных волокон ведут со скоростью, превышающей 3500 м/мин, при вязкости расплава в зоне формования волокна, превышающей 100 ПЗ.

Такая реализация предложенного способа получения волокна обеспечивает получение непрерывного базальтового волокна диаметром менее 7 микрон. При этом достигается повышение термостойкости непрерывных базальтовых волокон, изделия из которых могут быть применены при температуре, превышающей 700⁰С.

Лучший вариант осуществления изобретения

Сущность изобретения станет более понятна из следующего конкретного примера его выполнения.

Способ, согласно изобретению, осуществляют следующим образом. Базальтовую породу подают в зону плавления плавильной печи, где происходит нагрев породы до температуре 1500-1600⁰С и получение расплава. Полученный расплав выдерживают некоторое время с целью его гомогенизации. А затем гомогенизированный расплав подают в зону формирования волокна, которая сформирована питателем с фильерами, в которых поддерживают температуру, превышающую температуру кристаллизации полученного расплава. Из фильер расплав выходит в виде капель, образуя луковицы, которые увеличиваясь в массе, отрываются от фильер, образуя пучок волокон. Сначала эти волокна собирают непрерывным вытягиванием вручную, и полученный пучок заводят в канавку ролика нитесборника, быстро вытягивая под углом 60-80⁰.

Вытягивание волокон осуществляют без остановок и замедлений со скоростью превышающей 3500 м/мин при вязкости расплава более 100 ПЗ, так как в противном случае на волокнах образуются медленно застывающие утолщения, которые вызывают ожог и повреждают ролик нитесборника. При достижении пучка волокон требуемой тонкости, обрывают его конец, вручную наматывают нить на торец бобины и включают при этом наматывающий механизм. В результате, за счет вращения бобины на нее наматываются непрерывные базальтовые волокна. Для предупреждения взаимного трения в пучке непрерывных волокон, их взаимного склеивания, а также предохранения наружной поверхности волокон от воздействия внешней среды и разрушения их в процессе переработки поверхности волокон покрывают замасливателем. Бобины с намотанными на них непрерывными волокнами снимают с бобинодержателя и передают на переработку.

Базальтовые непрерывные волокна, полученные по предложенному способу, согласно изобретению, имеют средний диаметр элементарного волокна менее 7 микрон при скорости вытяжки 3500 м/мин и температуре вытяжки 1500⁰С.

20 Промышленная применимость

Наиболее успешно настоящее изобретение может быть использовано для изготовления высокотемпературных фильтров в нефтехимической, металлургической отраслях промышленности, в радиоэлектронной промышленности для производства плат, в композиционных материалах, которые должны обладать высокой исходной прочностью, стойкостью к агрессивным средам, долговечностью.

- 5 -

Формула изобретения

Способ получения базальтового волокна, включающий подачу базальтовой породы в зону плавления, нагрев ее в этой зоне до температуры плавления и получение расплава, подачу полученного расплава в зону гомогенизации, в которой поддерживают температуру, превышающую температуру кристаллизации полученного расплава, подачу гомогенизированного расплава в зону формирования волокна и вытягивание из расплава непрерывных волокон, характеризующийся тем, что нагрев базальтовой породы ведут при температуре 1500-1600⁰С, вытягивание волокна ведут со скоростью, превышающей 3500 м/мин при вязкости расплава в зоне формирования волокна более 100 ПЗ.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/RU 93/00063

A CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 5 C03B 37/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 5 C03B 37/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	SU, A, 187259 (Darensky V.A. et al.) 29 November 1966 (29.11.66) ----	1
A	SU, A, 299472 (Darensky V.A. et al.) 25 May 1971 (25.05.71) ----	1
A	SU, A, 461909 (Trebukov P.D. et al.) 1 September 1975 (01.09.75) ----	1
A	SU, A, 1141074 (Goryainov K.E. et al.) 23 February 1985 (23.02.85) ----	1
A	SU, A1, 1694491 (Boiko G.P. et al.) 30 November 1991 (30.11.91) ----	1
A	US, A, 4199336 (Rittler H.L.) 22 April 1980 (22.04.80) ----- -/--	1

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"Z" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

3 June 1993 (03.06.93)

Date of mailing of the international search report

16 June 1993 (16.06.93)

Name and mailing address of the ISA

RU

Facsimile No.

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/RU 93/00063

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim 1.
A	FR,A5, 1588823 (COMPAGNIE DE SAINT-GOBAIN) 24 April 1970 (24.04.70) ---	1
A	FR,A1, 2147837 (Shule E.K. et al.) 16 March 1973 (16.03.73) ---	1
A	DE,A1, 3509424 (Grünzweig + Hartmann und Glasfaser AG), 18 September 1986 (18.09.86) ---	1
A	Sbornik statei "Voloknistye materialy iz bazaltov Ukrainy", 1971 Tekhnika, (Kiev), pages 45-47 ----	1

ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ

Международная заявка No.
PCT/RU 93/00063

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ		
C03B 37/00		
Согласно Международной патентной классификации (МКИ-5)		
В. ОБЛАСТИ ПОИСКА		
Проверенный минимум документации (Система классификации и индексы): МКИ-5		
C03B 37/00		
Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в поисковые подборки:		
Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если возможно, поисковые термины):		
С. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ		
Категория *)	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту No.
A	SU, A, 187259 (ДАРЕНСКИЙ В.А. и другие), 29 ноября 1966 (29.11.66)	1
A	SU, A, 299472 (ДАРЕНСКИЙ В.А. и другие), 25 мая 1971 (25.05.71)	1
☒ последующие документы указаны в продолжении графы С ☐ данные о патентах-аналогах указаны в приложении		
* Особые категории ссылочных документов:		
"A"	документ, определяющий общий уровень техники и не считающийся особо релевантным	"T"
"E"	более ранний документ, но опубликованный на дату международной подачи или после нее.	более поздний документ, опубликованный после даты международной подачи или даты приоритета и не порочащий заявку, но приведенный для понимания принципа или теории, на которых основывается изобретение.
"L"	документ, подвергавший сомнению притязание(я) на приоритет, или который приводится с целью установления даты публикации другого ссылочного документа, а также в других целях (как указано).	"X"
"O"	документ, относящийся к устному раскрытию, использованию, экспонированию и т.д.	документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска; заявленное изобретение не обладает новизной и изобретательским уровнем в сравнении с документом, взятым в отдельности
"P"	документ, опубликованный до даты международной подачи, но после даты испрашиваемого приоритета.	"Y"
"&"	документ, являющийся патентом-аналогом	документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска и порочащий изобретательский уровень заявленного изобретения в очевидном для лица, обладающего познаниями в данной области техники, сочетании с одним или несколькими документами той же категории
Дата действительного завершения международного поиска 3 июня 1993 (03.06.93)		Дата отправки настоящего отчета о международном поиске 16 июня 1993 (16.06.93)
Наименование и адрес Международного поискового органа: Научно-исследовательский институт государственной патентной экспертизы, Россия, 121858, Москва, Бережковская наб. 30-1 Факс (095) 243-33-37, телетайп 114818 ПОДАЧА		Уполномоченное лицо: Т.Никульникова тел. (095) 240-58-22

Форма PCT/ISA/210 (второй лист) (июль 1992)

С. (Продолжение) ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ		
Категория *)	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту No.
A	SU, A, 461909 (ТРЕБУКОВ П.Д. и другие), 1 сентября 1975 (01.09.75)	1
A	SU, A, 1141074 (ГОРЯИНОВ К.Э. и другие), 23 февраля 1985 (23.02.85)	1
A	SU, A1, 1694491 (БОЙКО Г.П. и другие), 30 ноября 1991 (30.11.91)	1
A	US, A, 4199336 (RITTLER H.L.), 22 апреля 1980 (22.04.80)	1
A	FR, A5, 1588823 (COMPAGNIE DE SAINT-GO- BAIN), 24 апреля 1970 (24.04.70)	1
A	FR, A1, 2147837 (SHULE E.K. и другие), 16 марта 1973 (16.03.73)	1
A	DE, A1, 3509424 (GRÜNZWEIG + HARTMANN UND GLASFASER AG), 18 сентября 1986 (18.09.86)	1
A	Сборник статей "Волокнистые материалы из базальтов Украины", 1971, Техника, (Ки- ев), с.45-47	1