



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2004123456/03, 10.01.2003

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
10.01.2003(30) Конвенционный приоритет:  
10.01.2002 (пп.1-42) US 60/347,590

(43) Дата публикации заявки: 20.01.2006

(45) Опубликовано: 10.07.2007 Бюл. № 19

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: SU 874689 A, 23.10.1981. US 5811360 A,  
22.09.1998. WO 8912032 A, 14.12.1989. US  
5928975 A, 27.07.1999. FR 2217284 A, 06.09.1974.(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу:  
28.07.2004(86) Заявка РСТ:  
US 03/00860 (10.01.2003)(87) Публикация РСТ:  
WO 03/060016 (24.07.2003)

Адрес для переписки:  
119034, Москва, Пречистенский пер., 14,  
стр.1, 4 этаж, "Гоулингз Интернэшнл Инк.",  
В.Н.Дементьеву

(72) Автор(ы):

ЗОЙТОС Брюс К. (US),  
АНДРЕЙКАК Майкл Дж. (US),  
ТРЭВИС Терри Н. (US)

(73) Патентообладатель(и):

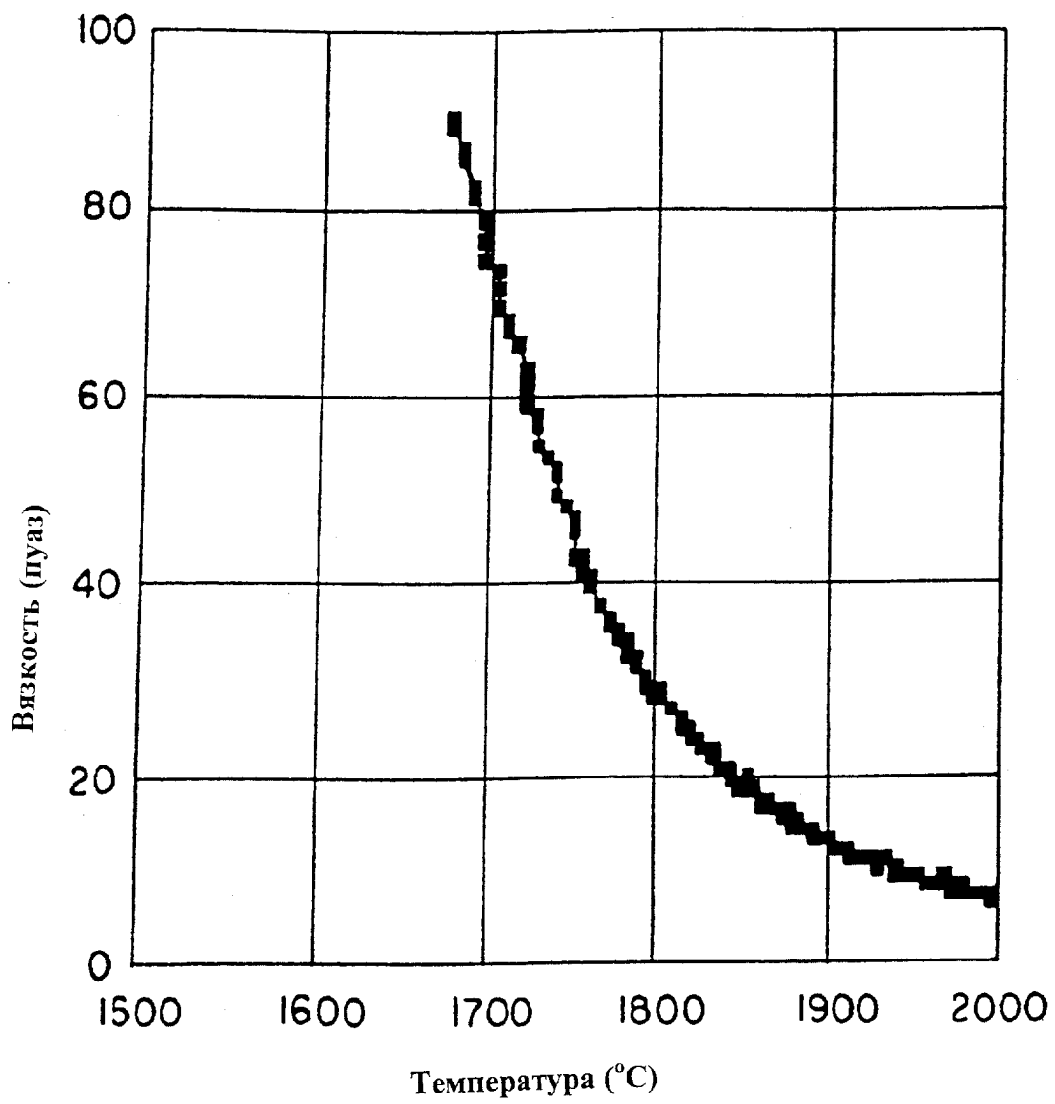
ЮНИФРЭКС КОРПОРЕЙШН (US)

(54) СТОЙКОЕ К ВОЗДЕЙСТВИЮ ВЫСОКОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ СТЕКЛОВИДНОЕ  
НЕОРГАНИЧЕСКОЕ ВОЛОКНО

(57) Реферат:

Изобретение относится к стекловидному неорганическому волокну, которое используется в качестве теплоизоляционного или звукоизолирующего материала. Техническим результатом изобретения является создание волокна, которое является стойким к воздействию высокой температуры и не является стойким к воздействию физиологических жидкостей. Температура эксплуатации волокна 1330°C и

выше. Волокно получают из расплава, который содержит больше, чем 71.25 до 85 вес.% диоксида кремния, до 20 вес.% оксида магния, от 5 до 28.75 вес.% оксида кальция, от 0 до 5 вес.% диоксида циркония, и возможно, модификатор вязкости, в количестве, эффективном для придания продукту свойства волокнообразования. Волокно не содержит оксидов щелочных металлов более чем следовые загрязнения. 5 н. и 37 з.п. ф-лы, 4 ил., 5 табл.



ФИГ. 1А



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2004123456/03, 10.01.2003**(24) Effective date for property rights: **10.01.2003**(30) Priority:  
**10.01.2002 (cl.1-42) US 60/347,590**(43) Application published: **20.01.2006**(45) Date of publication: **10.07.2007 Bull. 19**(85) Commencement of national phase: **28.07.2004**(86) PCT application:  
**US 03/00860 (10.01.2003)**(87) PCT publication:  
**WO 03/060016 (24.07.2003)**Mail address:  
**119034, Moskva, Prechistsenskij per., 14,  
str.1, 4 ehtazh, "Goulingz Internehshnl  
Ink.", V.N.Dement'evu**(72) Inventor(s):  
**ZOJTOS Brjus K. (US),  
ANDREJKAK Majkl Dzh. (US),  
TREhVIS Terri N. (US)**(73) Proprietor(s):  
**JuNIFREhKS KORPOREJShN (US)**(54) **VITREOUS INORGANIC FIBER RESISTANT TO THE ACTION OF THE HIGH TEMPERATURE**

(57) Abstract:

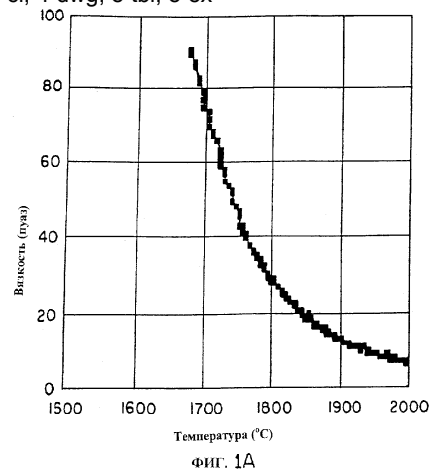
FIELD: chemical industry; construction materials industry; other industries; production of the vitreous inorganic fibers used as the heat-insulating or sound-proof material.

SUBSTANCE: the invention is pertaining to the vitreous inorganic fiber, which is used as the heat-insulating or sound-proof material. The technical result of the invention is creation of the fiber, which is resistant to the action of the high temperature and is not resistant to the action of the physiological liquids. The operational temperature of the fiber is 1330°C and above. The fiber is produced from the melt, which composition contains more than 71.25 up to 85 mass % of silicon dioxide, up to 20 mass % of magnesium oxide, from 5 up to 28.75 mass % of calcium oxide, from 0 up to 5 mass % of zirconium dioxide, and it may possibly have the viscosity modifier in the amount effective for giving the product the property of the fiberization. The fiber contains the oxides of the alkali metals no

more than their trace impurities.

EFFECT: the invention ensures creation of the fiber, which is resistant to the action of the high temperature and is not resistant to the action of the physiological liquids.

42 cl, 4 dwg, 5 tbl, 5 ex



ФИГ. 1А

Предпосылки к созданию изобретения

В промышленности изоляционных материалов для теплоизоляции и звукоизоляции желательно использовать волокна, которые не являются долговечными в физиологических жидкостях, таких как легочная жидкость. Несмотря на то, что уже были предложены  
5 возможные материалы, температурный предел использования этих материалов не является достаточно высоким для многих применений, в которых используют стойкие к воздействию высокой температуры волокна, которые включает в себя стекловидные  
10 волокна и керамические волокна. В частности, стойкие к воздействию высокой температуры волокна должны иметь минимальную линейную усадку при ожидаемых температурах воздействия для того, чтобы обеспечивать эффективную тепловую защиту изолируемого изделия.

Уже предложено множество композиций для семейства материалов в виде синтетических стекловидных волокон, которые являются разлагаемыми в физиологической среде. Эти волокна обычно имеют значительное содержание оксида щелочного металла,  
15 что часто приводит к снижению предельной температуры использования.

В заявке на патент Канады 2017344 описано имеющее физиологическую растворимость стекловолокно, образованное из стекол, которые содержат в качестве обязательных компонентов диоксид кремния, оксид кальция и  $\text{Na}_2\text{O}$ , которые являются  
20 предпочтительными компонентами, а также оксид магния и  $\text{K}_2\text{O}$ , а в качестве возможных компонентов оксид бора, оксид алюминия, диоксид титана, оксиды железа и фторид.

В международной патентной публикации WO 90/02713 описаны минеральные волокна, которые являются растворимыми в солевых растворах, причем волокна имеют композицию, которая включает в себя диоксид кремния, оксид алюминия, оксид железа,  
25 оксид кальция, оксид магния,  $\text{Na}_2\text{O}$  и  $\text{K}_2\text{O}$ .

В патенте США 5108957 описаны композиции стекла, полезные для образования волокон, способных разлагаться в физиологической среде, причем указанные композиции  
30 содержат в качестве обязательных компонентов диоксид кремния, оксид кальция,  $\text{Na}_2\text{O}$  плюс  $\text{K}_2\text{O}$  и оксид бора, и, возможно, оксид алюминия, оксид магния, фторид и  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Описано, что присутствие фосфора создает эффект повышения степени разложения волокон в физиологической среде.

Среди других патентных публикаций, в которых описано благоприятное воздействие фосфора на повышение биологической растворимости минеральных волокон, можно  
35 указать международную публикацию WO 92/09536, описывающую минеральные волокна, которые содержат главным образом диоксид кремния и оксид кальция и, возможно, оксид магния и  $\text{Na}_2\text{O}$  плюс  $\text{K}_2\text{O}$ , в которых присутствие оксида фосфора снижает стабилизирующее воздействие алюминия и железа на стеклянную матрицу. Эти волокна обычно изготавливают при более низких температурах, чем жаропрочные керамические  
40 волокна. Авторы настоящего изобретения наблюдали, что при температурах плавления, необходимых для стойких к воздействию высокой температуры волокон ( $1700\text{-}2000^\circ\text{C}$ ), присутствие оксида фосфора при таких низких уровнях, как несколько процентов, может вызывать сильную деструкцию и/или эрозию компонентов печи.

В заявке на патент Канады 2043699 описаны разлагающиеся в присутствии физиологической среды волокна, которые содержат диоксид кремния, оксид алюминия,  
45 оксид кальция, оксид магния,  $\text{P}_2\text{O}_5$ , возможно, оксид железа и  $\text{Na}_2\text{O}$  плюс  $\text{K}_2\text{O}$ .

В заявке на патент Франции 2662687 описаны разлагающиеся в присутствии физиологической среды минеральные волокна, которые содержат диоксид кремния, оксид  
алюминия, оксид кальция, оксид магния,  $\text{P}_2\text{O}_5$ , оксид железа и  $\text{Na}_2\text{O}$  плюс  $\text{K}_2\text{O}$ , плюс  $\text{TiO}_2$ .

В патенте США 4604097 описано биопоглощаемое стекловолокно, которое главным образом содержит двойную (бинарную) смесь оксида кальция и пентоксида фосфора, но  
50 имеет и другие структурные составляющие, такие как фторид кальция, вода и один или несколько оксидов, таких как оксид магния, оксид цинка, оксид стронция, оксид натрия, оксид калия, оксид лития или оксид алюминия.

В международной патентной публикации WO 92/07801 описано биопоглощаемое

стекловолокно, которое содержит пентоксид фосфора и оксид железа. Часть  $P_2O_5$  может быть замещена диоксидом кремния, а часть оксида железа может быть замещена оксидом алюминия. Возможно, волокно содержит соединение с двухвалентным катионом, выбранным из Ca, Zn и/или Mg, и соединение с катионом щелочного металла, выбранным из Na, K и/или Li.

В патенте США 5055428 описана композиция натровая известь - алюмоборосиликат для стекловолокна, которая растворяется в синтетической легочной жидкости. Содержание оксида алюминия снижается с увеличением содержания оксида бора и связано с регулировкой содержания диоксида кремния, оксида кальция, оксида магния,  $K_2O$  и, возможно,  $Na_2O$ . Другими компонентами могут быть оксид железа, диоксид титана, фтор, оксид бария и оксид цинка.

В международной патентной публикации WO 87/05007 описано неорганическое волокно, имеющее растворимость в солевом растворе, которое включает в себя диоксид кремния, оксид кальция, оксид магния и, возможно, оксид алюминия. В этой публикации показано, что композиция волокна преимущественно содержит 55-64 вес.% диоксида кремния. Более того, ни одна из примерных композиций волокон, раскрытых в публикации WO 87/05007, не содержит больше, чем 62.7 вес.% диоксида кремния.

В международной патентной публикации WO 89/12032 описано неорганическое волокно, имеющее экстрагируемый в физиологическом солевом растворе кремний, которое включает в себя диоксид кремния, оксид кальция, возможно, оксид магния, оксиды щелочных металлов и один или несколько оксидов из группы, в которую входят оксид алюминия, диоксид циркония, диоксид титана, оксид бора и оксиды железа. В этой публикации показано, что композиция волокна преимущественно содержит 35-70 вес.% диоксида кремния. Ни одна из примерных композиций волокон, раскрытых в публикации WO 89/12032, не содержит больше, чем 68.01 вес.% диоксида кремния. Общей задачей публикаций WO 87/05007 и WO 89/12032 является создание композиции волокна, полезной в качестве замены традиционных волокон из минеральной ваты.

В международной патентной публикации WO 93/15028 описаны стекловидные волокна, которые растворяются в солевом растворе и, в одном из видов использования, кристаллизуются в диопсид под воздействием температур до  $1000^\circ C$  и/или  $800^\circ C$  в течение 24 часов, и имеют следующий состав (выраженный в весовых процентах): диоксид кремния 59-64, оксид алюминия 0-3.5, оксид кальция 19-23 и оксид магния 14-17; при другом виде использования волокна кристаллизуются в волластонит/псевдоволластонит и имеют следующий состав (выраженный в весовых процентах): диоксид кремния 60-67, оксид алюминия 0-3.5, оксид кальция 26-35 и оксид магния 4-6. В этой публикации показано, что композиции волокон, имеющие содержание диоксида кремния больше, чем 70 вес.%, обладают плохим волокнообразованием.

Однако следует иметь в виду, что волокна, описанные в указанных выше патентных публикациях, имеют ограниченную температуру эксплуатации и поэтому не годятся для создания высокотемпературного изоляционного материала, например, для футеровки печи с температурой эксплуатации свыше  $1000^\circ C$ , для создания упрочняющих материалов, таких как композиты металлической матрицы, а также для создания износостойких материалов.

В международной патентной публикации WO 94/15883 описаны  $CaO/MgO/SiO_2$  волокна, с такими добавочными структурными составляющими, как  $Al_2O_3$ , ZrO и  $TiO_2$ , для которых проведено исследование растворимости в солевом растворе и исследование тугоплавкости. В этой публикации утверждается, что растворимость в солевом растворе возрастает при возрастании количества MgO, в то время как ZrO<sub>2</sub> и  $Al_2O_3$  снижают растворимость. Присутствие  $TiO_2$  (0.71-0.74 моль.%) и  $Al_2O_3$  (0.51-0.55 моль.%) приводит к падению критерия усадки до 3.5% или меньше при  $1260^\circ C$ . В этой публикации также утверждается, что волокна со слишком высоким содержанием  $SiO_2$  трудно или невозможно формовать, и приводятся примеры образцов, имеющих 70.04, 73.09, 73.28 и 78.07%  $SiO_2$ , волокнообразование из которых невозможно.

В указанных публикациях WO 93/15028 или WO 94/15883 нет четкого указания на то, что композиции расплава волокон, имеющие больше, чем 71.24 вес.% диоксида кремния, являются волокнообразующими. Полученные за счет плохого волокнообразования волокна, изготовленные в соответствии с указаниями, которые содержатся в публикациях WO 93/15028 или WO 94/15883, не обладают адекватными свойствами усадки и/или растворимости и, следовательно, не подходят для использования в качестве стойкой к воздействию высокой температуры изоляции.

В дополнение к термостойкости, которая выражается посредством характеристик усадки, для волокон, которые используют в изоляции, также важно, чтобы волокна имели такие характеристики механической прочности во время приложения температуры эксплуатации, которые позволяют волокну во время эксплуатации сохранять свою конструктивную целостность и изоляционные характеристики.

Одной из характеристик механической (конструктивной) целостности волокна является его хрупкость (ломкость) после эксплуатации. Чем более хрупким является волокно, то есть, чем легче его можно раздробить или растереть в порошок, тем меньшей механической целостностью обладает волокно. Авторы настоящего изобретения наблюдали, что, вообще говоря, неорганическое волокна, которые обладают как высокой термостойкостью, так и низкой стойкостью к воздействию физиологических жидкостей, также имеют высокую степень хрупкости после эксплуатации. Это приводит к тому, что волокно теряет прочность или механическую целостность после воздействия температуры эксплуатации и не может быть использовано в конструкции для обеспечения задач изоляции.

Авторы настоящего изобретения получили стойкие к воздействию высокой температуры, обладающие малой долговечностью (низкой стойкостью к воздействию физиологических жидкостей) волокна, которые имеют хорошую механическую целостность, в том числе прочность на сжатие и восстановление после сжатия, после воздействия температуры эксплуатации, в соответствии с проведенными испытаниями таких волокон.

Неорганические композиции волокон, которые могут обладать заданной долговечностью, заданной усадкой при воздействии температуры и заданными прочностными характеристиками, могут, однако, не обеспечивать хорошего волокнообразования за счет вытягивания или выдувания из расплава его компонентов.

В патенте США 5874375 раскрыты особые неорганические волокна, которые содержат продукты главным образом волокнообразующего расплава диоксида кремния и оксида магния, которые являются растворимыми в физиологической жидкости и имеют хорошие механические характеристики при высоких предельных температурах эксплуатации.

Продукты, основанные на использовании химии не долговечных волокон, которые выпускаются на рынок фирмой Unifrax Corporation (США, Niagara Falls, New York) под фабричной маркой INSULFRAX, имеют следующий номинальный состав композиции (в весовых процентах): 65% SiO<sub>2</sub>, 31.1% CaO, 3.2% MgO, 0.3% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и 0.3% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Другие продукты, которые выпускаются на рынок фирмой Thermal Ceramics (США, Augusta, Georgia) под фабричной маркой SUPERWOOL, имеют следующий состав (в весовых процентах): 58.5% SiO<sub>2</sub>, 35.4% CaO, 4.1% MgO и 0.7% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Этот материал имеет температурный предел 1000°C при эксплуатации и плавится ориентировочно при 1280°C, что является слишком низкой температурой для желательной высокотемпературной изоляции.

Желательно производить легко изготавливаемое неорганическое стекловидное волокно из волокнообразующего расплава, имеющего высокое содержание диоксида кремния и оксида кальция, обладающее низкой усадкой, низкой хрупкостью, повышенной механической прочностью, демонстрируемой при помощи прочности на сжатие и восстановления после сжатия, после воздействия температур эксплуатации 1260°C или выше.

В соответствии с настоящим изобретением желательно получить стойкое к воздействию высокой температуры неорганическое стекловидное волокно, которое может быть легко

изготовлено из расплава, имеющего вязкость, подходящую для выдувания или вытягивания волокна, и которое не является стойким к воздействию физиологических жидкостей.

5 В соответствии с настоящим изобретением также желательно получить стойкое к воздействию высокой температуры неорганическое стекловидное волокно, которое не является стойким к воздействию физиологических жидкостей и которое имеет высокую прочность на сжатие и хорошее восстановление после сжатия, после воздействия температуры эксплуатации.

10 В соответствии с настоящим изобретением также желательно получить стойкое к воздействию высокой температуры неорганическое стекловидное волокно, которое не является стойким к воздействию физиологических жидкостей и которое имеет низкую усадку при температуре эксплуатации.

Краткое изложение изобретения

15 Настоящее изобретение в целом направлено на создание стойкого к воздействию высокой температуры неорганического волокна, полезного для использования в качестве теплоизоляционного материала или звукоизолирующего материала, который имеет температурный предел эксплуатации, достигающий по меньшей мере 1330°C. Более конкретно, настоящее изобретение направлено на создание стойкого к воздействию высокой температуры волокна, которое может быть легко изготовлено и которое обладает 20 низкой усадкой и сохраняет хорошую механическую прочность после воздействия температуры эксплуатации, но которое не является стойким к воздействию физиологических жидкостей.

В соответствии с настоящим изобретением получают стойкие к воздействию высокой температуры неорганические стекловидные волокна, которые не являются стойкими к 25 воздействию физиологических жидкостей. Такие волокна имеют температурный предел эксплуатации до 1330°C или выше. При этих высоких температурах волокна в соответствии с настоящим изобретением, как это обсуждается далее более подробно, имеют линейную усадку ориентировочно меньше, чем 20%, когда их выдерживают при температуре в течение 24 часов. Стойкость к усадке является превосходной при температурах 30 эксплуатации до 1260°C, причем волокна испытывают усадку, составляющую ориентировочно меньше, чем 5%, когда их выдерживают при температуре 1260°C в течение 24 часов. Волокна в соответствии с настоящим изобретением не являются хрупкими и сохраняют механическую прочность, что показывают испытания после воздействия температуры эксплуатации 1260°C.

35 Не долговечное (не стойкое к воздействию физиологических жидкостей) неорганическое стекловидное волокно в соответствии с настоящим изобретением содержит продукт волокнообразования, имеющий больше, чем 71.25 вес.% диоксида кремния, от 0 до 20 вес.% оксида магния, ориентировочно от 5 до 28.75 вес.% оксида кальция, от 0 до 5 40 вес.% диоксида циркония и, возможно, эффективное количество модификатора вязкости. Модификатор вязкости может быть выбран из оксида алюминия, оксида бора и их смесей. Следует иметь в виду, что в качестве модификаторов вязкости могут быть использованы и другие элементы или соединения, которые после добавления в расплав воздействуют на вязкость расплава таким образом, чтобы аппроксимировать профиль или форму кривой 45 вязкость/ температура расплава, который обладает хорошим волокнообразованием, как это обсуждается далее более подробно. Волокно преимущественно содержит ориентировочно не больше чем 3.5 вес.% оксида алюминия, преимущественно ориентировочно до 2.5 вес.% оксида алюминия, а еще лучше, ориентировочно до 1.5 вес.% оксида алюминия. В соответствии с другим вариантом волокно преимущественно содержит ориентировочно не больше, чем 3.5 вес.% оксида алюминия и ориентировочно не больше, чем 1.5 вес.% 50 оксидов железа (в пересчете на  $Fe_2O_3$ ). В соответствии с еще одним вариантом волокно содержит ориентировочно до 1.5 вес.% оксида алюминия и ориентировочно не больше, чем 1.5 вес.% оксидов железа (в пересчете на  $Fe_2O_3$ ).

В соответствии с другим вариантом не долговечное неорганическое стекловидное

волокно в соответствии с настоящим изобретением включает в себя продукт  
волокнообразования, который содержит ориентировочно от 71.25 до 85 вес.% диоксида  
кремния, от 0 до 20 вес.% оксида магния, ориентировочно от 5 до 28.75 вес.% оксида  
кальция, от 0 до 5 вес.% диоксида циркония и, возможно, эффективное количество  
5 модификатора вязкости. Модификатор вязкости может быть выбран из оксида алюминия,  
оксида бора и их смесей. В качестве модификаторов вязкости могут быть использованы и  
другие элементы или соединения, которые после добавления в расплав воздействуют на  
вязкость расплава таким образом, чтобы аппроксимировать профиль или форму кривой  
вязкость/температура расплава, который обладает хорошим волокнообразованием, как это  
10 обсуждается далее более подробно, но без вредного влияния на свойства волокна.  
Волокно преимущественно содержит ориентировочно до 3.5 вес.% оксида алюминия. В  
некоторых вариантах, волокно содержит ориентировочно до 2.5 вес.% оксида алюминия, а  
еще лучше, волокно содержит ориентировочно до 1.5 вес.% оксида алюминия. В другом  
варианте волокно преимущественно содержит ориентировочно не больше, чем 3.5 вес.%  
15 оксида алюминия и ориентировочно не больше, чем 1.5 вес.% оксидов железа (в пересчете  
на  $Fe_2O_3$ ). В еще одном варианте волокно преимущественно содержит ориентировочно до  
1.5 вес.% оксида алюминия и ориентировочно не больше, чем 1.5 вес.% оксидов железа (в  
пересчете на  $Fe_2O_3$ ).

В соответствии с другим вариантом осуществления настоящего изобретения  
20 предлагается стойкое к воздействию высокой температуры, не долговечное неорганическое  
стекловидное волокно, которое сохраняет механическую целостность после воздействия  
температуры эксплуатации, причем указанное волокно включает в себя продукт  
волокнообразования, который содержит ориентировочно от 71.5 до 79 вес.% диоксида  
кремния, ориентировочно от 0 до 16.5 вес.% оксида магния, ориентировочно от 9 до 27  
25 вес.% оксида кальция и от 0 до 4.6 вес.% диоксида циркония. Волокно, возможно,  
содержит ориентировочно от 0.10 до не больше, чем 3.5 вес.% оксида алюминия и от 0 до  
1.15 вес.% оксидов железа (в пересчете на  $Fe_2O_3$ ).

В соответствии с предпочтительным вариантом осуществления настоящего изобретения  
предлагается стойкое к воздействию высокой температуры, не долговечное неорганическое  
30 волокно, которое сохраняет механическую целостность после воздействия температуры  
эксплуатации, причем указанное волокно включает в себя продукт волокнообразования,  
который содержит ориентировочно от 71.5 до 76.1 вес.% диоксида кремния, от 0 до 16.5  
вес.% оксида магния, ориентировочно от 9.25 до 28 вес.% оксида кальция и от 0 до 4.6  
вес.% диоксида циркония.

В соответствии с настоящим изобретением предлагается способ производства,  
имеющего низкую усадку, стойкого к воздействию высокой температуры неорганического  
волокна, имеющего температуры эксплуатации по меньшей мере до 1330°C, который  
сохраняет механическую целостность после воздействия температуры эксплуатации и  
который не является стойким к воздействию физиологических жидкостей, причем способ  
40 включает в себя операцию формирования из ингредиентов расплава, который содержит  
больше, чем 71.25 вес.% диоксида кремния, от 0 до 20 вес.% оксида магния,  
ориентировочно от 5 до 28.75 вес.% оксида кальция, от 0 до 5 вес.% диоксида циркония  
и, возможно, модификатор вязкости, в количестве, эффективном для придания продукту  
свойства волокнообразования; возможно, ориентировочно до 3.5% оксида алюминия,  
45 преимущественно ориентировочно до 2.5 вес.% оксида алюминия, а еще лучше,  
ориентировочно до 1.5 вес.% оксида алюминия, и ориентировочно до 1.5 вес.%  $Fe_2O_3$ ; и  
операцию получения волокна из расплава. В соответствии с дополнительным вариантом  
волокно преимущественно содержит ориентировочно до 1.5 вес.% оксида алюминия и  
ориентировочно не больше, чем 1.5 вес.% оксидов железа (в пересчете на  $Fe_2O_3$ ).

50 В соответствии с другим вариантом предлагается способ производства, имеющего  
низкую усадку, стойкого к воздействию высокой температуры неорганического волокна,  
имеющего температуры эксплуатации по меньшей мере до 1330°C, который сохраняет  
механическую целостность после воздействия температуры эксплуатации и который не

является стойким к воздействию физиологических жидкостей, причем способ включает в себя операцию формирования из ингредиентов расплава, который содержит ориентировочно от 71.25 до 85 вес.% диоксида кремния, от 0 до 20 вес.% оксида магния, ориентировочно от 5 до 28,75 вес.% оксида кальция, от 0 до 5 вес.% диоксида циркония, и, возможно, эффективное количество модификатора вязкости. Модификатор вязкости может быть выбран из оксида алюминия, оксида бора и их смесей. В качестве модификаторов вязкости могут быть использованы и другие элементы или соединения, которые после добавления в расплав воздействуют на вязкость расплава таким образом, чтобы аппроксимировать профиль или форму кривой вязкость/ температура расплава, который обладает хорошим волокнообразованием, как это обсуждается далее более подробно. Волокно преимущественно содержит ориентировочно до 3.5 вес.% оксида алюминия, предпочтительнее, ориентировочно до 2.5 вес.% оксида алюминия, а еще лучше, волокно содержит ориентировочно до 1.5 вес.% оксида алюминия. В соответствии с другим вариантом волокно преимущественно содержит ориентировочно до 3.5 вес.% оксида алюминия и ориентировочно до 1.5 вес.% оксидов железа (в пересчете на  $Fe_2O_3$ ). В соответствии с еще одним вариантом волокно преимущественно содержит ориентировочно до 1.5 вес.% оксида алюминия и ориентировочно не больше, чем 1.5 вес.% оксидов железа (в пересчете на  $Fe_2O_3$ ).

В соответствии с одним из вариантов способ производства, имеющего низкую усадку, стойкого к воздействию высокой температуры неорганического волокна, имеющего температуры эксплуатации по меньшей мере до 1330°C, которое сохраняет механическую целостность после воздействия температуры эксплуатации и которое не является стойким к воздействию физиологических жидкостей, включает в себя операцию формирования из ингредиентов расплава, который содержит ориентировочно от 71.5 до 79 вес.% диоксида кремния, от 0 до 16.5 вес.% оксида магния, ориентировочно от 9 до 27 вес.% оксида кальция, и, возможно, ориентировочно от 0 до 4.6 вес.% диоксида циркония.

В соответствии с предпочтительным вариантом способ производства, имеющего низкую усадку, стойкого к воздействию высокой температуры неорганического волокна, имеющего температуры эксплуатации по меньшей мере до 1330°C, которое сохраняет механическую целостность после воздействия температуры эксплуатации и которое не является стойким к воздействию физиологических жидкостей, включает в себя операцию формирования из ингредиентов расплава, который содержит от 71.5 до 76.1 вес.% диоксида кремния, от 0 до 16.5 вес.% оксида магния, ориентировочно от 9.25 до 28 вес.% оксида кальция и от 0 до 4.6 вес.% диоксида циркония.

Композиции расплава, которые используют для производства волокна в соответствии с настоящим изобретением, обеспечивают вязкость расплава, подходящую для выдувания или вытягивания волокна, а также для придания механической прочности полученному волокну после воздействия температуры эксплуатации.

В соответствии с настоящим изобретением также предлагается стойкое к воздействию высокой температуры волоконное изделие, которое представляет собой изделие, выбранное из группы, в которую входят объемное волокно, оболочки, нетканые оболочки, бумага, войлок, фасонное литье, фасонное литье в вакууме и композиции, причем указанное изделие содержит имеющее низкую усадку, стойкое к воздействию высокой температуры неорганическое волокно.

В соответствии с настоящим изобретением также предлагается способ изолирования изделия, который включает в себя нанесение на изделие, введение внутрь него, установку в непосредственной близости или вокруг изделия, теплоизоляционного материала, имеющего температуры эксплуатации по меньшей мере до 1330°C, который сохраняет механическую целостность после воздействия температуры эксплуатации и который не является стойким к воздействию физиологических жидкостей, причем указанный изоляционный материал содержит волокно в соответствии с любым из описанных выше вариантов.

Краткое описание чертежей

На фиг.1А показана кривая зависимости вязкости от температуры для состава расплава, имеющегося в продаже вытянутого (из расплава) алюмосиликатного волокна.

На фиг.1В показана кривая зависимости вязкости от температуры для состава расплава, имеющегося в продаже выдувного алюмосиликатного волокна.

5 На фиг.2 показана кривая зависимости вязкости от температуры для состава расплава волокна, содержащего оксид кальция, оксид магния, диоксид кремния и имеющего 73.5% вес.% диоксида кремния.

10 На фиг.3 показана кривая зависимости вязкости от температуры для состава расплава волокна, содержащего оксид кальция, оксид магния, диоксид кремния и имеющего 75 вес.% диоксида кремния.

Подробное описание изобретения

В соответствии с настоящим изобретением предлагается неорганическое волокно, полезное для использования в качестве теплоизоляционного материала или звукоизолирующего материала, которое имеет температурный предел эксплуатации, достигающий по меньшей мере 1330°C и которое не является стойким к воздействию физиологических жидкостей, таких как легочная жидкость. Под термином "не является стойким к воздействию физиологических жидкостей" следует понимать, что волокно по меньшей мере частично растворяется в таких жидкостях (которые, например, имитируют легочную жидкость) во время испытаний в пробирке (in vitro).

20 Для того, чтобы неорганическая композиция была жизнеспособным кандидатом для производства удовлетворительного высокотемпературного продукта из неорганического волокна, получаемое волокно должно быть легко прозводимым, растворимым в достаточной степени в физиологических жидкостях и способным выдерживать высокую температуру с минимальной усадкой и минимальной потерей целостности. Для 25 идентификации материалов, которые отвечают таким критериям, был использован набор скрининг-тестов (отбраковочных испытаний), позволяющий найти волокна, которые обладают заданными свойствами. Эти испытания включают в себя определение (а) вязкости/ волоконобразования, (b) долговечности (стойкости к воздействию физиологических жидкостей), (c) усадки при температуре эксплуатации и (d) хрупкости, 30 прочности и упругости после использования.

"Вязкостью" называют способность расплава стекла сопротивляться напряжению пластического течения или напряжению при сдвиге. Зависимость вязкости от температуры является критической при определении возможности волоконобразования данной композиции стекла. Расплав с оптимальной кривой вязкости должен иметь низкую вязкость 35 (5-50 пуаз) при температуре волоконобразования, причем вязкость должна постепенно повышаться при снижении температуры. Если расплав не является достаточно вязким (то есть является слишком жидким) при температуре волоконобразования, то это приводит к получению короткого, тонкого волокна, с высокой пропорцией не образовавшегося волокна материала (дробь). Если расплав является слишком вязким при температуре 40 волоконобразования, то это приводит к получению очень грубого (с большими диаметрами) и короткого волокна.

Профили вязкость-температура могут быть измерены на вискозиметре, способном работать при высоких температурах. Кроме того, адекватный профиль вязкости может быть получен (выведен) из рутинных экспериментов, при которых определяют качество 45 полученного волокна (индекс, диаметр, длину).

При проведении испытания на долговечность измеряют скорость, с которой волокно теряет массу (нг/см<sup>2</sup> - час) при условиях, которые имитируют температуру и химические условия, имеющиеся в легких человека. При проведении этого испытания вводят ориентировочно 0.1 г не имеющего дроби волокна в поток 0.3 мл/мин синтетической 50 легочной жидкости (SLF). Всю испытательную систему поддерживают при температуре 37°C, имитирующей температуру человеческого тела. Испытания преимущественно продолжают в течение 2-4 недель.

После проведения испытаний жидкость SLF собирают и анализируют в ней структурные

составляющие волокна с использованием спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. Производят также измерение "холостой" пробы SLF для коррекции присутствующих в SLF элементов. После получения этих данных можно рассчитать скорость, с которой волокно теряет массу в течение временного интервала испытаний.

5 Волокна проверяют на усадку, образуя из них подушку и измеряя при помощи кронциркуля длину и ширину подушки (типично 3x5 дюймов). Подушку вводят в печь, постепенно повышают температуру и выдерживают в течение фиксированного промежутка времени. После нагревания опять измеряют размеры подушки и находят изменения размеров, которые произошли.

10 В одном из таких испытаний подушки делали за счет перемешивания ориентировочно 427 г волокна, 27.2 г фенольного связующего и ориентировочно 4 галлонов воды. Полученную смесь заливали в листовую форму и давали возможность воде вытечь через дно формы. Подушку сушили и затем вырезали из нее образец с размерами 3x5x1 дюйм. Длину и ширину образца тщательно замеряли и затем образец помещали в печь, 15 температуру в которой доводили до температуры эксплуатации 1150°C, 1260°C или 1330°C, и выдерживали в течение 24 часов. После охлаждения измеряли боковые размеры и определяли линейную усадку за счет сравнения начальных и конечных измерений. Если волокно имеется в виде полотна, то измерения могут быть произведены непосредственно на полотне, без необходимости образования подушки. (Такие измерения усадки на полотне 20 коррелируют с измерениями усадки на подушке, но не являются идентичными им).

Хрупкостью после эксплуатации называют способность волокна сохранять свою механическую целостность после воздействия высоких температур. Эта характеристика является важной, так как волокно должно выдерживать свой собственный вес в любых 25 применениях, а также должно обладать стойкостью к истиранию за счет движущегося воздуха или газа. Информацию относительно целостности волокна и механической прочности получают при помощи визуальных и тактильных наблюдений, а также за счет механического измерения этих свойств для волокон после воздействия температуры эксплуатации.

30 Целостность после эксплуатации подушек для измерения усадки определяют при помощи двух испытаний: прочность на сжатие и восстановление после сжатия. Эти испытания позволяют определять соответственно как легко подушка может быть деформирована и степень упругости (или восстановление после сжатия) подушки после ее сжатия на 50%.

35 Подушки для измерения усадки, приготовленные из волокна в соответствии с настоящим изобретением, нагревают до испытываемых температур эксплуатации, таких как 1150°C и 1260°C, и выдерживают в течение 24 часов, после чего проводят испытания на сжатие с использованием испытательной установки Instron. Цилиндрический плунжер диаметром 2.5 дюйма вводят в подушку для измерения усадки, пока ее толщина не уменьшится за счет 40 сжатия до половины исходной толщины. В этот момент крейцкопф останавливают и измеряют пиковую нагрузку (psi, фунтов на квадратный дюйм), возникающую в ходе сжатия.

Восстановление после сжатия измеряют путем медленного реверсирования направления перемещения крейцкопфа и отвода назад плунжера от подушки для измерения усадки, пока показания нагрузки не станут равны нулю. Расстояние 45 перемещения от точки 50% сжатия до точки нулевой нагрузки регистрируют и выражают в процентах исходной толщины подушки. Это число соответствует значению упругости волокнистой подушки.

При помощи таких испытаний нашли, что подушка с плохими эксплуатационными характеристиками имеет низкие значения прочности на сжатие, свидетельствующие о том, 50 что она легко сжимается, и низкие значения восстановления после сжатия, свидетельствующие о том, что после деформирования подушка плохо восстанавливается. Наоборот, подушка и/или композиция волокна с высокими значениями указанных параметров обладает высокой механической прочностью и можно считать, что она имеет хорошие эксплуатационные характеристики. Идеальное волокно должно иметь прочность

на сжатие в заданном диапазоне аналогичного стандартного, имеющегося в продаже алюмосиликатного волокна, и дополнительно иметь высокое восстановление после сжатия (или упругость).

В соответствии с настоящим изобретением предлагается способ производства стойкого к воздействию высокой температуры стекловидного неорганического волокна, имеющего низкую усадку при температуре эксплуатации по меньшей мере до 1330°C, которое сохраняет механическую целостность после воздействия температуры эксплуатации и которое не является стойким к воздействию физиологических жидкостей, причем способ включает в себя операцию формирования из ингредиентов расплава, который содержит больше, чем 71.25 вес.% диоксида кремния, от 0 до 20 вес.% оксида магния, ориентировочно от 5 до 28.75 вес.% оксида кальция, от 0 до 5 вес.% диоксида циркония и, возможно, модификатор вязкости, в количестве, эффективном для придания продукту свойства волокнообразования, и операцию получения волокна из расплава. Волокно преимущественно содержит ориентировочно до 3.5 вес.% оксида алюминия. В соответствии с некоторыми вариантами волокно содержит ориентировочно до 2.5 вес.% оксида алюминия, а преимущественно, ориентировочно до 1.5 вес.% оксида алюминия. В соответствии с другим вариантом волокно содержит ориентировочно не больше, чем 1.5 вес.% оксидов железа (в пересчете на  $Fe_2O_3$ ) и ориентировочно не больше, чем 3.5 вес.% оксида алюминия. В соответствии с дополнительным вариантом волокно, возможно, содержит ориентировочно до 1.5 вес.% оксида алюминия и ориентировочно не больше, чем 1.5 вес.% оксидов железа (в пересчете на  $Fe_2O_3$ ).

Не долговечные (не стойкие к воздействию физиологических жидкостей. - Прим. переводчика) неорганические волокна в соответствии с настоящим изобретением изготавливают с использованием стандартных технологических процессов. Исходные материалы, такие как диоксид кремния и любой подходящий источник кальция и магния, такой как энстатит, форстерит, оксид магния, магнезит, кальцинированный магнезит, цирконат магния, периклаз, стеатит, тальк, оливин, кальцит, известь, известняк, обожженный известняк, волластонит, доломит или доломитовая негашеная известь, подают в заданных пропорциях из бункеров в печь, где их плавят, а затем выдувают волокно с использованием сопла для волокнообразования или вытягивают волокно из расплава, непрерывно или партиями.

Не долговечные стекловидные неорганические волокна в соответствии с настоящим изобретением изготавливают с использованием стандартных технологических процессов. Исходные материалы, которые обычно содержат больше, чем 71.25 вес.% диоксида кремния, от 0 до 20 вес.% оксида магния, ориентировочно от 5 до 28.5 вес.% оксида кальция, возможно, диоксид циркония и, возможно, модификатор вязкости, в количестве, эффективном для придания продукту свойства волокнообразования, подают в расплав для выдувания или вытягивания волокна.

Вязкостью расплава при необходимости можно управлять за счет наличия модификаторов вязкости, в количестве, эффективном для придания свойства волокнообразования, требующегося для желательных применений. Модификаторы вязкости могут присутствовать в исходных материалах, которые задают основные компоненты расплава, или могут быть, по меньшей мере частично, добавлены отдельно. Желательный размер частиц исходных материалов определяют в зависимости от параметров печи, которые включают в себя размер печи (SEF), скорость разливки, температуру расплава, время нахождения в печи и т.п.

В соответствии с первым вариантом осуществления настоящего изобретения неорганическое волокно может выдерживать температуру эксплуатации по меньшей мере до 1330°C, с линейной усадкой ориентировочно меньше, чем 20%, причем волокно обладает низкой хрупкостью после использования и не является стойким к воздействию физиологических жидкостей, таких как легочная жидкость. Не долговечное тугоплавкое неорганическое волокно в соответствии с настоящим изобретением включает в себя продукт волокнообразования, который содержит больше, чем 71.25 вес.% диоксида

кремния, от 0 до 20 вес.% оксида магния, ориентировочно от 5 до 28.5 вес.% оксида кальция и, возможно, модификатор вязкости, в количестве, эффективном для придания продукту свойства волокнообразования. Волокно преимущественно содержит ориентировочно до 3.5 вес.% оксида алюминия, предпочтительнее, ориентировочно до 2.5  
5 вес.% оксида алюминия, а еще лучше, ориентировочно до 1.75 вес.% оксида алюминия; ориентировочно, не больше, чем 1.5 вес.% оксидов железа (в пересчете на  $Fe_2O_3$ ), а еще лучше, ориентировочно не больше, чем 1.15 вес.% оксидов железа. Модификатор вязкости может быть выбран из оксида алюминия, оксида бора и их смесей. В качестве модификаторов вязкости могут быть использованы и другие элементы или соединения,  
10 которые после добавления в расплав воздействуют на вязкость расплава таким образом, чтобы аппроксимировать профиль или форму кривой вязкость/ температура расплава, который обеспечивает хорошее волокнообразование, но без вредного влияния на свойства волокна.

В соответствии с предпочтительными диапазонами не долговечное тугоплавкое  
15 стекловолокно включает в себя продукт волокнообразования, который содержит ориентировочно от 71.5 до 79 вес.% диоксида кремния, от 0 до 16.5 вес.% оксида магния, ориентировочно от 9 до 27 вес.% оксида кальция и от 0 до 4.6 вес.% диоксида циркония; от 71.5 до 76.1 вес.% диоксида кремния, от 0 до 16.5 вес.% оксида магния и ориентировочно от 9.25 до 28 вес.% оксида кальция; и от 72 до 75 вес.% диоксида  
20 кремния, от 0 до 16.5 вес.% оксида магния, ориентировочно от 9.25 до 28 вес.% оксида кальция и от 0 до 4.6 вес.% диоксида циркония. Диоксид циркония, в случае необходимости, может присутствовать в количестве ориентировочно до 5 вес.%, а преимущественно, в количестве ориентировочно до 4.6 вес.%. В приведенной далее Таблице I содержатся примеры композиций в соответствии с настоящим изобретением,  
25 которые имеют заданные характеристики усадки и механической прочности для температуры эксплуатации, составляющей по меньшей мере 1330°C, и которые, среди прочего, подходят для осуществления волокнообразования из расплавов.

В расплаве и в волокнах в соответствии с настоящим изобретением, действующий уровень диоксида кремния составляет больше, чем 71.25 вес.%, преимущественно от  
30 больше, чем 71.25 до 85 вес.% диоксида кремния, предпочтительнее, ориентировочно больше, чем 71.5 до 79 вес.% диоксида кремния, более предпочтительно, ориентировочно от 72 до 79 вес.% диоксида кремния, а еще лучше, преимущественно ориентировочно от 72 до 75 вес.% диоксида кремния, причем верхний уровень диоксида кремния ограничен только технологичностью. Это не соответствует указаниям, содержащимся в известных  
35 публикациях, где утверждается, что волокна, имеющие уровни диоксида кремния выше, чем 71.24 вес.%, являются не технологичными.

Волокна в соответствии с настоящим изобретением главным образом преимущественно не содержат щелочного металла больше, чем следовые загрязнения. Содержание щелочного металла в этих волокнах обычно лежит в диапазоне следовых загрязнений или  
40 составляет самое большее сотые доли процента, в пересчете на оксид щелочного металла.

Добавочные специфические варианты композиции волокна включают в себя продукт волокнообразования, который содержит ориентировочно от 72 до 79 вес.% диоксида кремния, от 0 до 1 вес.% оксида магния, ориентировочно от 18 до 27 вес.% оксида  
45 кальция и от 0 до 4.6 вес.% диоксида циркония; продукт волокнообразования, который содержит ориентировочно от 72 до 75 вес.% диоксида кремния, ориентировочно от 8 до 12.5 вес.% оксида магния и ориентировочно от 12.5 до 18 вес.% оксида кальция; и продукт волокнообразования, который содержит ориентировочно от 72.5 до 73 вес.% диоксида кремния, ориентировочно от 3 до 4 вес.% оксида магния и ориентировочно от 22  
50 до 23 вес.% оксида кальция.

Стекловидные неорганические композиции волокна в соответствии с настоящим изобретением, приведенные в Таблице I, были получены при помощи технологии выдувания и, как уже было упомянуто здесь ранее, подвергались испытаниям на линейную

усадку при температурах 1330°C и испытаниям на хрупкость после эксплуатации.

Результаты этих испытаний приведены далее в Таблице II. Такие же испытания были проведены на имеющихся в продаже волокнах из силиката магния и на двух различных имеющихся в продаже волокнах из силиката кальция, причем все эти волокна были  
5 получены при помощи технологии вытягивания из расплава. Последние композиции помечены как композиции сравнения 3-4, причем их составы также приведены в Таблице I. Результаты испытаний композиций сравнения также приведены в Таблице II.

Композиция	1 вес. %	2 вес. %	Композиция сравнения 3	Композиция сравнения 4	Композиция сравнения 5
SiO <sub>2</sub>	72.57	72.64	76.46	65.36	66.9
MgO	3.21	3.18	20.87	14.34	3.7
CaO	22.4	22.23	0	18.82	28.20
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.05	1.15	0.320	0	0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.14	0.15	1.59	1.14	0.54

#### 15 Пример 1

Композиция 1 представляет собой композицию, предназначенную для выдувания волокна из расплава, которая содержит ориентировочно 72.57 вес. % SiO<sub>2</sub>, ориентировочно 22.4 вес. % CaO и ориентировочно 3.21 вес. % MgO. Диаметр выдутого волокна составляет 1.56 мкм.

#### 20 Пример 2

Композиция 2 представляет собой композицию, предназначенную для выдувания волокна из расплава, которая содержит ориентировочно 72.64 вес. % SiO<sub>2</sub>, ориентировочно 22.23 вес. % CaO и ориентировочно 3.18 вес. % MgO. Диаметр выдутого волокна составляет 1.27 мкм.

#### 25 Пример 3

Композиция сравнения 3 представляет собой имеющуюся в продаже композицию из силиката магния, предназначенную для вытягивания из расплава волокна, которая содержит 76.46 вес. % диоксида кремния и 20.87 вес. % оксида магния. Полученное волокно имеет диаметр 4.5 мкм. Композиция сравнения 3 имеет линейную усадку 11% после  
30 воздействия температуры 1330°C. Волокна из силиката кальция и магния в соответствии с настоящим изобретением приближаются к этому желательному значению, однако их преимуществом является более экономичное изготовление.

#### Пример 4

Композиция сравнения 4 представляет собой имеющуюся в продаже композицию из  
35 силиката кальция, предназначенную для вытягивания из расплава волокна, которая содержит 65.36 вес. % SiO<sub>2</sub>, 14.34 вес. % MgO и 18.82 вес. % CaO. Полученное волокно имеет диаметр 4.8 мкм. Волокно имеет более высокую линейную усадку при 1330°C и является более хрупким по сравнению с волокном из силиката кальция в соответствии с настоящим изобретением, после воздействия температуры эксплуатации 1260°C.

#### 40 Пример 5

Композиция сравнения 5 представляет собой имеющуюся в продаже композицию из  
45 силиката кальция, предназначенную для вытягивания из расплава волокна, которая содержит 66.9 вес. % SiO<sub>2</sub>, 3.7 вес. % MgO и 28.2 вес. % CaO. Полученное волокно имеет диаметр 4.3 мкм. Эта композиция сравнения также имеет более высокую линейную усадку по сравнению с волокном из силиката кальция в соответствии с настоящим изобретением, после воздействия температуры эксплуатации 1260°C, причем соответствующее волокно является более хрупким, чем волокно в соответствии с настоящим изобретением, после воздействия температуры 1260°C.

Композиция	ЛИНЕЙНАЯ УСАДКА (24 ЧАСА)				
	1150°C %	1260°C %	1330°C %	50% сжатие 1150°C %	Восстановление 1260°C %
1	0.8	4.5	1.5	22.6	6.4
2	0.9	4.8	*	239	7.1
Композиция сравнения 3	1.7	4.6	1.1	23.8	17.0

Композиция сравнения 4		3.7	2.8		2.8
Композиция сравнения 5	1.2	8.6	39.2	13.9	1.4
* Испытание не проводилось					

5 Как это можно понять из приведенных выше данных, стекловидные неорганические  
 волокна в соответствии с настоящим изобретением являются менее хрупкими после  
 воздействия температуры эксплуатации 1260°C и демонстрируют меньшую линейную  
 усадку при температуре 1330°C, чем имеющиеся в продаже композиции сравнения 4 и 5 из  
 10 силиката кальция. Кроме того, волокна в соответствии с настоящим изобретением имеют  
 более высокую механическую прочность, чем имеющиеся в продаже волокна из силиката  
 кальция.

Зависимость вязкости от температуры

15 Форма кривой зависимости вязкости от температуры композиция стекла отражает  
 легкость, с которой могут быть получены волокна из расплава, и, следовательно,  
 качество полученного волокна (связанное с содержанием дроби, с диаметром и длиной  
 волокна). Стекла обычно имеют низкую вязкость при высоких температурах. По мере  
 снижения температуры вязкость возрастает. Значение вязкости при данной температуре  
 изменяется в зависимости от состава композиции, как и общая крутизна кривой  
 зависимости вязкости от температуры.

20 Одним из подходов к определению легкости получения волокна с заданным составом,  
 при приемлемом уровне качества, является проверка совпадения кривой вязкости  
 экспериментального состава с кривой известного продукта, который имеет хорошее  
 волокнообразование. Такая кривая заданной вязкости показана на фиг.1А и представляет  
 25 собой кривую для имеющегося в продаже алюмосиликатного волокна, полученного  
 вытягиванием из расплава, причем на фиг.1В показана аналогичная кривая для  
 имеющегося в продаже алюмосиликатного волокна, полученного выдуванием из расплава.

30 На фиг.2 показана кривая вязкости для композиции расплава, предназначенной для  
 получения волокна, которая содержит оксид кальция, оксид магния, диоксид циркония и  
 диоксид кремния, причем указанная композиция содержит 75 вес.% диоксида кремния, 8  
 вес.% оксида магния, 15 вес.% оксида кальция и 2 вес.% диоксида циркония. Эта кривая  
 35 приближается к кривой заданной вязкости фиг.1А для имеющегося в продаже  
 алюмосиликатного волокна, полученного вытягиванием из расплава. На фиг.3 показана  
 кривая вязкости для расплава волокна, содержащего оксид кальция, оксид магния и  
 диоксид кремния, причем указанная композиция содержит 73.5 вес.% диоксида кремния,  
 13.5 вес.% оксида магния и 13.5 вес.% оксида кальция. Эта кривая приближается к  
 40 кривой заданной вязкости фиг.1В для имеющегося в продаже алюмосиликатного волокна,  
 полученного выдуванием из расплава. Указанные композиции расплавов волокна в  
 соответствии с настоящим изобретением хорошо подходят для волокнообразования при  
 помощи обычных технологий выдувания или вытягивания из расплава.

45 Другие примеры композиций для получения стекловидного неорганического волокна  
 приведены далее в Таблице III. Эти композиции проверяли на линейную усадку при  
 температурах 1150°C, 1260°C и 1330°C, а также на восстановление после сжатия и  
 растворимость в физиологическом растворе. Полученные результаты приведены далее в  
 Таблице IV. Волокна, полученные из композиции 6, имеют средний диаметр около 2.37  
 мкм, а волокна, полученные из композиции 7, имеют средний диаметр около 2.42 мкм.

Композиция	SiO <sub>2</sub> вес.%	MgO вес.%	CaO вес.%	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> вес.%	ZrO <sub>2</sub> вес.%	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> вес.%
6	75	8.4	13.61	0.15		1.64
7	72.1	9.64	15.3	0.14		2.34
8	73.5	12.5	12.5			1.5
9	74.06	9.83	11.87	0.19		3.47
10	72.4	11.1	14.9			1.65
11	78.7	0.2	20.2		0	0.67
12	72.4	0	26.5		0	0.87

13	72.4	0	26.6		0	0.64
14	76.1	0	18.7		4.6	0.51
15	73	0	26.4		0	0.3
16	78.2	0	18.9		2.4	0.3
17	73.2	11.9	13.1		0	1.7
18	71.8	0	21.2		4.5	2.3
19	72.4	16.1	9.35	0.25		1.61
C2CT	67.6	4.5	26.3	0.44		0.71
C21	70.9	4.45	23.2	0.4		0.6
C22	67.5	30.26	0.3		0	1.9
C23	67.5	30.6	0.3		0.6	0.92

Такие же самые испытания были также проведены на двух различных волокнах из силиката кальция и на двух различных волокнах из силиката магния. Последние композиции были помечены как композиции сравнения C20-C23 и их составы также указаны в Таблице III. Результаты испытаний на усадку волокон сравнения также приведены в Таблице IV.

Восстановление	1150°С, % усадки <sup>1</sup>	1260°С, % усадки <sup>1</sup>	1330°С, % усадки <sup>1</sup>	1150, % восстановления	1260, % восстановления	Скорость растворения нг/см <sup>2</sup> -час
6	1.4	2.5	9.3	27.2	14	
7	1.9	3.1	19	23	18.4	
8	2.3	3.5		21.7	16.3	
9	1.3	5.3		22	8.9	
10	0.8	2.1	17.1			
11		1.3			7.5	211
12		1.5			5.3	181
13		1.4			5.3	130
14		1.1			3.6	54
15		1.4			5.3	256
16		0.9			3.8	148
17		4.9			12.7	491
18		0.7			4.1	57
19	2.7					
C20		8.4				
C21		6.8				
C22		7.7				
C23		9.2				

Там, где не указаны данные усадки, испытания не проводились.  
Под восстановлением следует понимать восстановление после сжатия.

Волокна в соответствии с настоящим изобретением обладают отличной стойкостью к усадке и механической прочностью, измеряемой при помощи восстановления после усадки, после воздействия температур эксплуатации 1150°С, 1260°С и 1330°С, и являются растворимыми в физиологической жидкости, которая представляет собой искусственную легочную жидкость.

Анализ долговечности указанных волокон в искусственной легочной жидкости показывает, что эти волокна имеют существенно меньшую долговечность, чем обычное тугоплавкое керамическое волокно, такое как алюмосиликатное (ориентировочно 50/50 вес.%) и алюмосиликатное с диоксидом циркония или AZS (ориентировочно 30/16/54 вес.%).

Испытания были проведены на волокнах в соответствии с настоящим изобретением, полученных с использованием технологии выдувания. Однако следует иметь в виду, что волокна в соответствии с настоящим изобретением также могут быть получены с использованием технологии вытягивания (из расплава).

В приведенной далее Таблице V показаны различные дополнительные примеры композиций волокна в соответствии с настоящим изобретением.

Таблица V		
SiO <sub>2</sub> вес.%	MgO вес.%	CaO вес.%
71.25	1.75-10.75	18-27
71.5	7.15-10.65	17.85-21.35
78.5	5.3S-S.05	13.45-16.12

5

Таким образом, было показано, что композиция волокна, которая включает в себя продукт волокнообразования, который содержит больше, чем 71.25 диоксида кремния, преимущественно в диапазоне ориентировочно от 71.5 до 79 вес.% диоксида кремния, предпочтительнее, в диапазоне ориентировочно от 72 до 79 вес.% диоксида кремния, а еще лучше, в диапазоне ориентировочно от 72 до 75 вес.% диоксида кремния, и который содержит оксид кальция, возможно, оксид магния, возможно, диоксид циркония и, возможно, модификатор вязкости, позволяет легко обеспечивать волокнообразование с получением стойкого к воздействию высокой температуры изолирующего волокна. Это противоречит утверждениям, которые содержатся в известных публикациях, где

10 утверждают, что волокнообразование из расплава композиции, имеющего больше, чем 71.24 вес.% диоксида кремния, является очень трудным, если не невозможным.

15

Было также показано, что композиция волокна в соответствии с настоящим изобретением, которая включает в себя продукт волокнообразования, который содержит больше, чем 71.25 диоксида кремния, преимущественно в диапазоне ориентировочно от 71.5 до 79 вес.% диоксида кремния, предпочтительнее, в диапазоне ориентировочно от 72 до 79 вес.% диоксида кремния, а еще лучше, в диапазоне ориентировочно от 72 до 75 вес.% диоксида кремния, и которая содержит оксид кальция, возможно, оксид магния, возможно, диоксид циркония и, возможно, модификатор вязкости, обладает приемлемыми характеристиками усадки не только при температурах эксплуатации 1150°C и 1260°C, но

25 также и при температуре эксплуатации 1330°C. Это является удивительным и неожиданным, так как наличие низкой усадки при температуре эксплуатации 1330°C не было раскрыто или подсказано в публикациях, связанных с композициями волокна, которые содержат диоксид кремния, оксид кальция и, возможно, оксид магния. Кроме того, предложенные композиции волокна обладают отличной механической прочностью после

30 эксплуатации и являются растворимыми в физиологических жидкостях.

30

Несмотря на то, что были описаны предпочтительные варианты осуществления изобретения, совершенно ясно, что в него специалистами в данной области могут быть внесены изменения и дополнения, которые не выходят, однако, за рамки приведенной далее формулы изобретения. Следует также иметь в виду, что различные варианты,

35 приведенные здесь изолированно, могут быть объединены для получения желательных характеристик или результатов.

35

#### Формула изобретения

40

1. Имеющее малую усадку, стойкое к воздействию высокой температуры неорганическое волокно, имеющее максимальные температуры эксплуатации 1330°C или выше, которое сохраняет механическую целостность после воздействия температуры эксплуатации и которое не является стойким к воздействию физиологических жидкостей, причем указанное волокно включает в себя продукт волокнообразования, содержащий от больше чем 71,25 до 85 вес.% диоксида кремния, до 20 вес.% оксида магния, от 5 до 28,75 вес.% оксида

45 кальция, от 0 до 5 вес.% диоксида циркония и, возможно, модификатор вязкости в количестве, эффективном для придания продукту свойства волокнообразования, причем волокно не содержит оксидов щелочных металлов более чем следовые загрязнения.

45

2. Волокно по п.1, которое включает в себя продукт волокнообразования, который содержит от 71,5 до 79 вес.% диоксида кремния, от 0 до 16,5 вес.% оксида магния, от 9 до 27 вес.% оксида кальция и от 0 до 4,6 вес.% диоксида циркония.

50

50

3. Волокно по п.1, которое включает в себя продукт волокнообразования, который содержит от 71,5 до 76,1 вес.% диоксида кремния, от 9,25 до 28 вес.% оксида кальция, до 16,5 вес.% оксида магния и от 0 до 4,6 вес.% диоксида циркония.

4. Волокно по п.1, которое включает в себя продукт волокнообразования, который содержит от 72 до 75 вес.% диоксида кремния, до 16,5 вес.% оксида магния и от 9,25 до 28 вес.% оксида кальция.

5 5. Волокно по п.1, которое включает в себя продукт волокнообразования, который содержит от 72 до 79 вес.% диоксида кремния, до 1 вес.% оксида магния, от 18 до 27 вес.% оксида кальция и от 0 до 4,6 вес.% диоксида циркония.

6. Волокно по п.1, которое включает в себя продукт волокнообразования, который содержит от 72 до 75 вес.% диоксида кремния, от 8 до 12,5 вес.% оксида магния и от 12,5 до 18 вес.% оксида кальция.

10 7. Волокно по п.1, которое включает в себя продукт волокнообразования, который содержит от 72,5 до 73 вес.% диоксида кремния, от 3 до 4 вес.% оксида магния и от 22 до 23 вес.% оксида кальция.

15 8. Волокно по п.1, которое включает в себя продукт волокнообразования, который содержит больше чем 71,25 вес.% диоксида кремния, от 1,75 до 10,75 вес.% оксида магния и от 18 до 27 вес.% оксида кальция.

9. Волокно по п.1, которое включает в себя продукт волокнообразования, который содержит больше чем 71,5 вес.% диоксида кремния, от 7,15 до 10,65 вес.% оксида магния и от 17,85 до 21,35 вес.% оксида кальция.

20 10. Волокно по п.1, которое включает в себя продукт волокнообразования, который содержит больше чем 78,5 вес.% диоксида кремния, от 5,38 до 8,05 вес.% оксида магния и от 13,45 до 16,12 вес.% оксида кальция.

11. Волокно по п.1, которое включает в себя продукт волокнообразования, который содержит от 71,25 до 85 вес.% диоксида кремния, от 10 до 20 вес.% оксида магния и от 5 до 28,75 вес.% оксида кальция.

25 12. Волокно по п.1, которое включает в себя продукт волокнообразования, который содержит от 71,25 до 85 вес.% диоксида кремния, до 20 вес.% оксида магния и от 5 до 14 вес.% оксида кальция.

13. Волокно по п.1, которое содержит до 1,5 вес.% оксида железа, в пересчете на  $Fe_2O_3$ .

30 14. Волокно по п.13, которое содержит до 1,15 вес.% оксида железа, в пересчете на  $Fe_2O_3$ .

15. Волокно по п.1, которое содержит до 3,5 вес.% оксида алюминия.

16. Волокно по п.15, которое содержит до 2,5 вес.% оксида алюминия.

17. Волокно по п.15, которое содержит до 1,5 вес.% оксида алюминия.

35 18. Волокно по п.1, которое имеет линейную усадку меньше чем 5% при воздействии температуры 1260°C в течение 24 ч.

19. Волокно по п.1, которое имеет линейную усадку 20% или меньше при воздействии температуры 1330°C в течение 24 ч.

20. Волокно по п.1, которое демонстрирует восстановление по меньшей мере на 5% после 50% сжатия, после воздействия температуры эксплуатации 1260°C.

40 21. Изделие, содержащее стойкое к воздействию высокой температуры волокно, которое представляет собой изделие, выбранное из группы, в которую входят объемное волокно, оболочки, нетканые оболочки, бумага, войлок, фасонное литье, фасонное литье в вакууме и композиции, причем указанное изделие содержит волокно по одному из пп.1-18.

45 22. Способ производства имеющего низкую усадку, стойкого к воздействию высокой температуры волокна, имеющего максимальные температуры эксплуатации 1330°C и выше, которое сохраняет механическую целостность после воздействия температуры эксплуатации и которое не является стойким к воздействию физиологических жидкостей, причем указанный способ включает в себя операцию формирования из ингредиентов расплава, который содержит от больше чем 71,25 до 85 вес.% диоксида кремния, до 20  
50 вес.% оксида магния, от 5 до 28,75 вес.% оксида кальция, от 0 до 5 вес.% диоксида циркония и, возможно, модификатор вязкости в количестве, эффективном для придания продукту свойства волокнообразования, причем волокно не содержит оксидов щелочных металлов более чем следовые загрязнения, и операцию получения волокон из расплава.

23. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат от 71,5 до 79 вес.% диоксида кремния, до 16,5 вес.% оксида магния, от 9 до 27 вес.% оксида кальция и от 0 до 4,6 вес.% диоксида циркония.

5 24. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат от 71,5 до 76,1 вес.% диоксида кремния, до 16,5 вес.% оксида магния, от 9,25 до 28 вес.% оксида кальция и от 0 до 4,6 вес.% диоксида циркония.

25. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат от 72 до 75 вес.% диоксида кремния, до 16,5 вес.% оксида магния и от 9,25 до 28 вес.% оксида кальция.

10 26. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат от 72 до 79 вес.% диоксида кремния, до 1 вес.% оксида магния, от 18 до 27 вес.% оксида кальция и от 0 до 4,6 вес.% диоксида циркония.

27. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат от 72 до 75 вес.% диоксида кремния, от 8 до 12,5 вес.% оксида магния и от 12,5 до 18 вес.% оксида кальция.

15 28. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат от 72,5 до 73 вес.% диоксида кремния, от 3 до 4 вес.% оксида магния и от 22 до 23 вес.% оксида кальция.

29. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат больше чем 71,25 вес.% диоксида кремния, от 1,75 до 10,75 вес.% оксида магния и от 18 до 27 вес.% оксида кальция.

20 30. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат больше чем 71,5 вес.% диоксида кремния, от 7,15 до 10,65 вес.% оксида магния и от 17,85 до 21,35 вес.% оксида кальция.

31. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат больше чем 78,5 вес.% диоксида кремния, от 5,38 до 8,05 вес.% оксида магния и от 13,45 до 16,12 вес.% оксида кальция.

25 32. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат от 71,25 до 85 вес.% диоксида кремния, от 10 до 20 вес.% оксида магния и от 5 до 28,75 вес.% оксида кальция.

33. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат от 71,25 до 85 вес.% диоксида кремния, до 20 вес.% оксида магния и от 5 до 14 вес.% оксида кальция.

30 34. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат до 1,5 вес.% оксида железа, в пересчете на  $Fe_2O_3$ .

35. Способ по п.22, в котором ингредиенты расплава содержат до 1,15 вес.% оксида железа, в пересчете на  $Fe_2O_3$ .

36. Способ по п.35, в котором ингредиенты расплава содержат до 3,5 вес.% оксида алюминия.

35 37. Способ по п.36, в котором ингредиенты расплава содержат до 2,5 вес.% оксида алюминия.

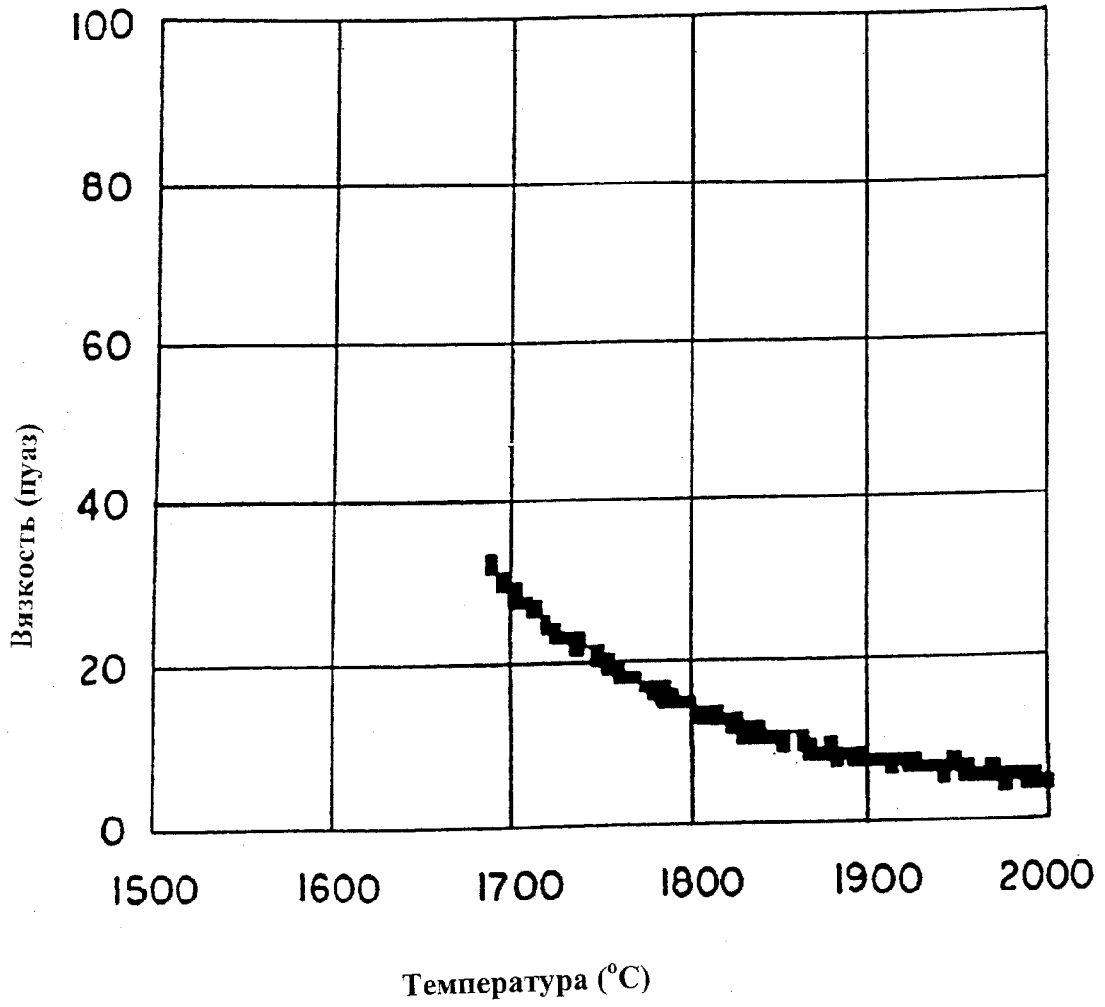
38. Способ по п.36, в котором ингредиенты расплава содержат до 1,5 вес.% оксида алюминия.

39. Способ по п.22, который включает в себя вытягивание волокон из расплава.

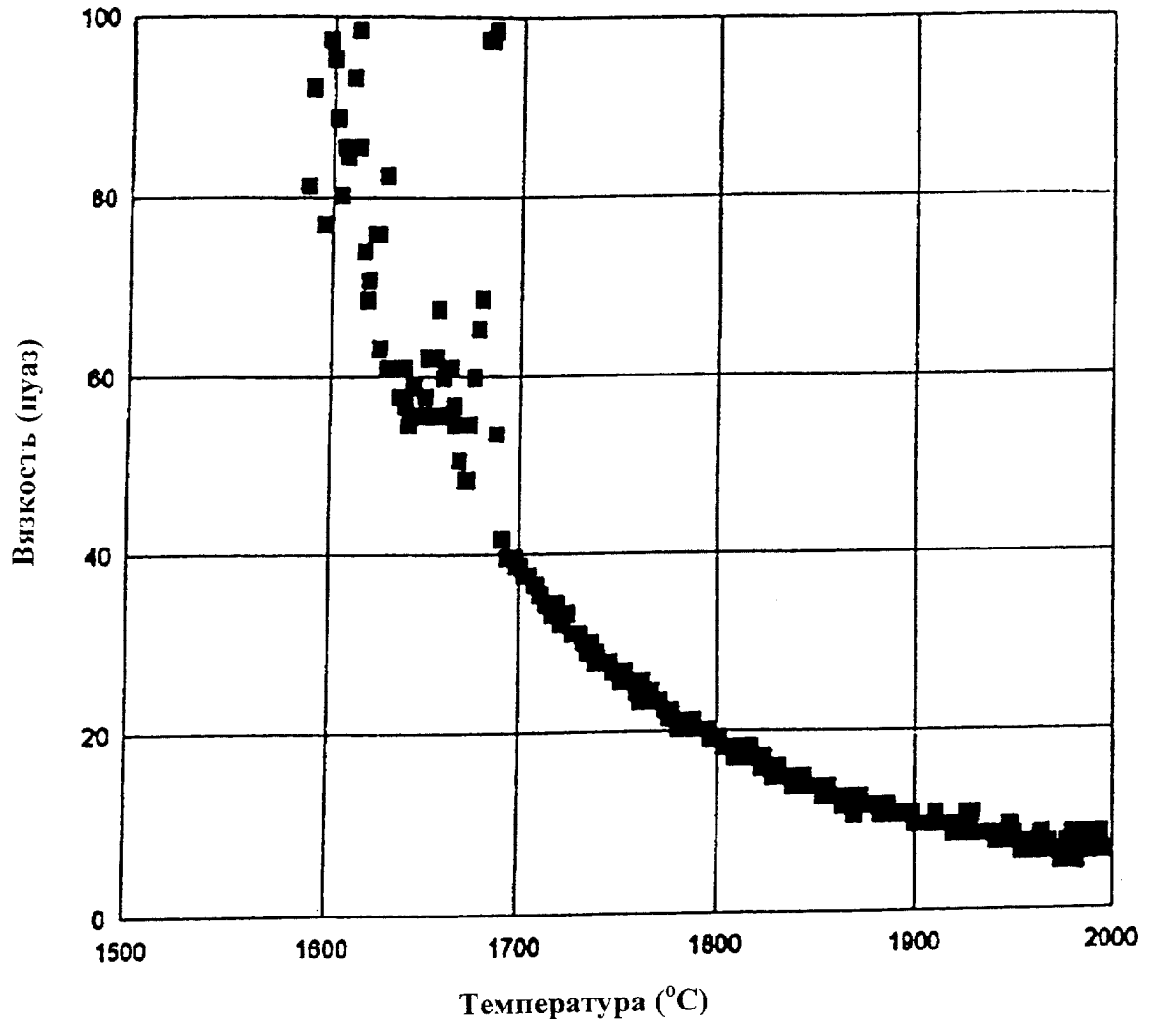
40 40. Способ по п.22, который включает в себя выдувание волокон из расплава.

41. Имеющее малую усадку, стойкое к воздействию высокой температуры неорганическое волокно, имеющее максимальные температуры эксплуатации 1330°C и выше, которое сохраняет механическую целостность после воздействия температуры эксплуатации и которое не является стойким к воздействию физиологических жидкостей, причём указанное волокно получено способом по одному из пп.22-40.

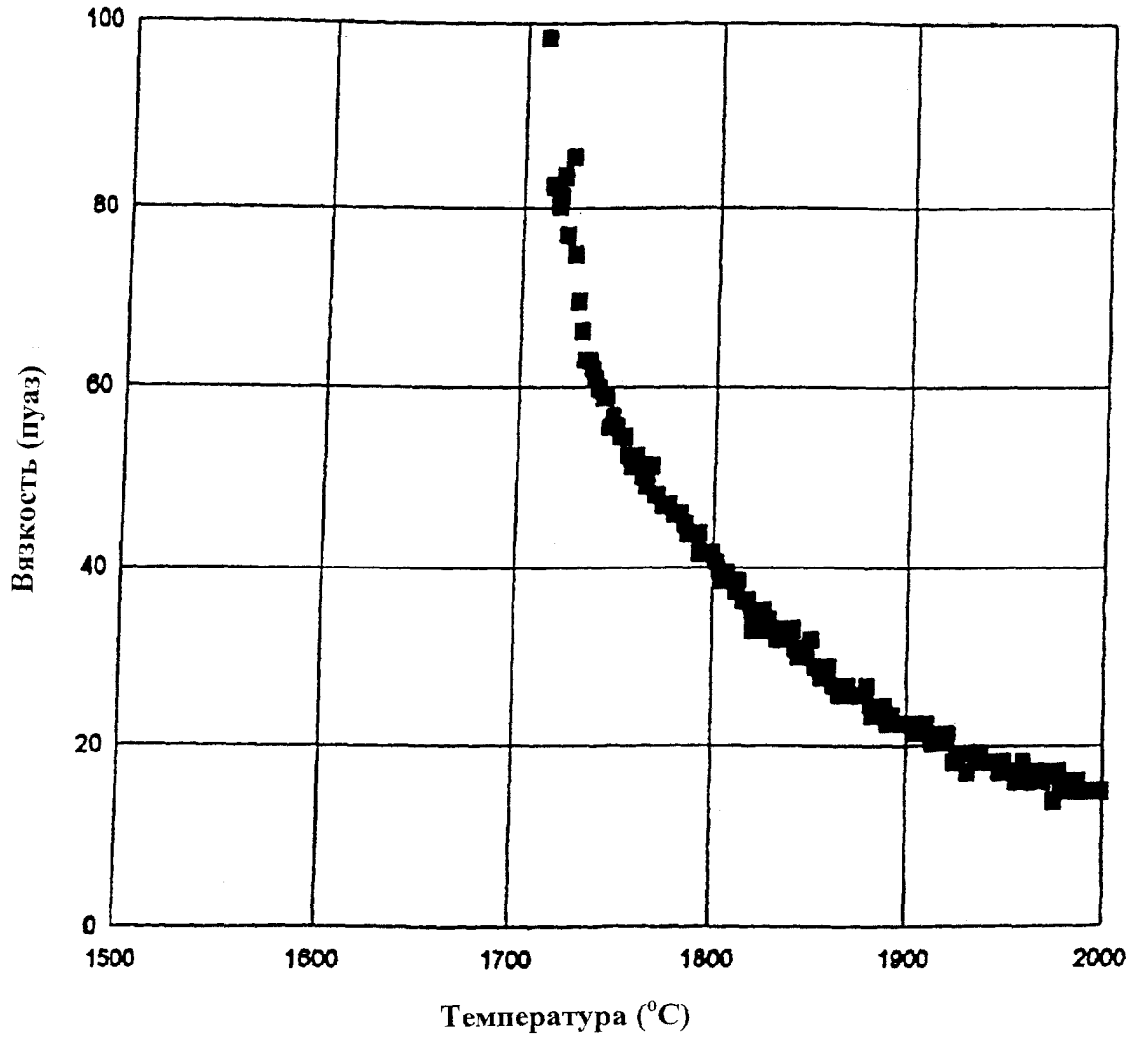
42. Способ изолирования изделия, который включает в себя нанесение на изделие, введение внутрь него, установку в непосредственной близости или вокруг изделия теплоизоляционного материала, имеющего максимальные температуры эксплуатации 1330°C и выше, который содержит волокно, выполненное в соответствии с одним из пп.1-20.



ФИГ. 1В



ФИГ. 2



ФИГ. 3