



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114174235 B

(45) 授权公告日 2023. 08. 29

(21) 申请号 202080053218.7

(22) 申请日 2020.07.22

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 114174235 A

(43) 申请公布日 2022.03.11

(30) 优先权数据
2019-136956 2019.07.25 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2022.01.24

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2020/028459 2020.07.22

(87) PCT国际申请的公布数据
W02021/015243 JA 2021.01.28

(73) 专利权人 霓佳斯株式会社
地址 日本东京都

(72) 发明人 北原英树 持田贵仁 山本雅大
大利直宏 森迫诗阳 山田洋平

(74) 专利代理机构 北京三友知识产权代理有限公司 11127
专利代理师 沈娥 张志楠

(51) Int.Cl.
G03C 13/06 (2006.01)
G03C 13/00 (2006.01)
G03B 37/00 (2006.01)
G04B 35/66 (2006.01)

(56) 对比文件
CN 107555777 A, 2018.01.09
CN 1273505 A, 2000.11.15
WO 2012176799 A1, 2012.12.27
WO 2014171562 A1, 2014.10.23

审查员 孟庆岩

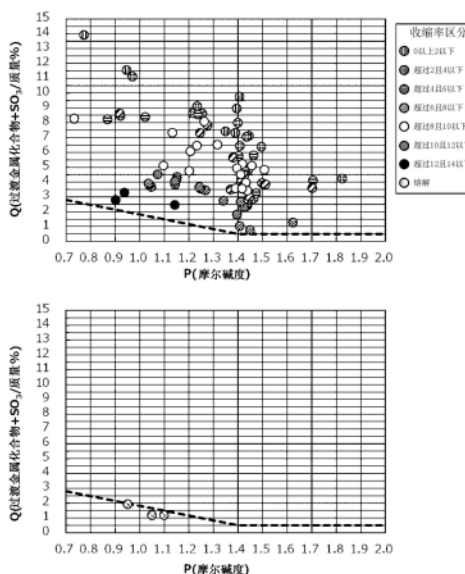
权利要求书1页 说明书15页 附图5页

(54) 发明名称

无机纤维、无机纤维制品、无机纤维制品的
制造方法、无机纤维制造用组合物和无机纤维的
制造方法

(57) 摘要

本发明提供一种耐热性高、原料的选择也
广、生产率高的无机纤维和无机纤维制品的制造
方法。一种无机纤维,其特征在于,过渡金属化合
物与SO₃的总量Q为0.5质量%以上,CaO与MgO的
合计相对于SiO₂与Al₂O₃的合计的摩尔比(mol%
(CaO+MgO)/mol%(SiO₂+Al₂O₃))所表示的摩尔碱
度P为0.6以上并满足下述式(1);一种无机纤维
制品,其包含该无机纤维。 $-3.3 \times P + 5.1 \leq Q(1)$ 。



1. 一种无机纤维,其特征在于,选自包含Fe、Mn、Cu、Ni、Co、Zr、V、Nb、Mo、W、Y的组中的至少1种的化合物的过渡金属化合物与SO₃的总量Q为2.5质量%以上,

所述过渡金属化合物的总量为0.1质量%以上2.0质量%以下,

所述SO₃为0.5质量%~6.1质量%,

CaO与MgO的合计相对于SiO₂与Al₂O₃的合计的摩尔比 $\text{mol}\%(\text{CaO}+\text{MgO})/\text{mol}\%(\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3)$ 所表示的摩尔碱度P为0.6以上并满足下述式(1),

$$-3.3 \times P + 5.1 \leq Q \quad (1)。$$

2. 如权利要求1所述的无机纤维,其特征在于,1110℃的热收缩率为14%以下。

3. 如权利要求1所述的无机纤维,其具有下述组成,

SiO₂:25质量%~45质量%

Al₂O₃:5质量%~25质量%

CaO:15质量%~50质量%

MgO:3质量%~20质量%

过渡金属化合物:0.1质量%以上2.0质量%以下

SO₃:0.5质量%~6.1质量%。

4. 如权利要求3所述的无机纤维,其特征在于,进一步具有下述成分,

Na₂O:0质量%~10质量%

K₂O:0质量%~10质量%。

5. 如权利要求4所述的无机纤维,其特征在于,含有选自包含P₂O₅、Li₂O、Na₂O和K₂O的组中的至少1种以上,

P₂O₅、Li₂O、Na₂O和K₂O的总量为3质量%~10质量%。

6. 如权利要求1所述的无机纤维,其特征在于,其为选自由石棉、矿棉和矿物玻璃棉组成的组中的至少1种以上。

7. 如权利要求1所述的无机纤维,其特征在于,其为选自岩棉、渣棉、玻璃棉中的至少1种以上。

8. 一种无机纤维制品,其特征在于,包含权利要求1所述的无机纤维。

9. 如权利要求8所述的无机纤维制品,其特征在于,其为绝热材料或耐火材料。

10. 一种无机纤维制品的制造方法,其特征在于,将权利要求1所述的无机纤维成型。

11. 一种无机纤维制造用组合物,其特征在于,选自包含Fe、Mn、Cu、Ni、Co、Zr、V、Nb、Mo、W、Y的组中的至少1种的化合物的过渡金属化合物与SO₃的总量Q为2.5质量%以上,

所述过渡金属化合物的总量为0.1质量%以上2.0质量%以下,

所述SO₃为0.5质量%~6.1质量%,

CaO与MgO的合计相对于SiO₂与Al₂O₃的合计的摩尔比 $\text{mol}\%(\text{CaO}+\text{MgO})/\text{mol}\%(\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3)$ 所表示的摩尔碱度P为0.6以上并满足下述式(1),

$$-3.3 \times P + 5.1 \leq Q \quad (1)。$$

12. 一种无机纤维的制造方法,其中,将权利要求11所述的无机纤维制造用组合物溶解,接着进行纤维化,由此得到无机纤维。

无机纤维、无机纤维制品、无机纤维制品的制造方法、无机纤维制造用组合物和无机纤维的制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及无机纤维、无机纤维制品、无机纤维制品的制造方法、无机纤维制造用组合物和无机纤维的制造方法。

背景技术

[0002] 以岩棉、玻璃棉等为代表的无机纤维在钢铁、石油、化学、电气、汽车、建材、航空航天等各产业界用于耐火材料、绝热材料、密封材料等各种用途,是必不可少的原料。

[0003] 以往,混配有钢铁炉渣的炉渣系岩棉通过下述方法进行纤维化来制造:纺丝法,在钢铁炉渣中加入作为成分调节剂的硅石、硅砂、玄武岩等天然石,利用冲天炉或电炉使其熔融,从炉下部流出熔融物,接触高速旋转体进行纤维化;喷纺法,利用压缩空气进行纤维化。

[0004] 对于现有的岩棉来说,以热收缩率表示的耐热性高于一般的玻璃棉,但在800℃左右发生熔融。因此,对于现有的岩棉来说,通过增加包含氧化铁的玄武岩、转炉炉渣等的混配比例、增加纤维中的氧化铁的比例,提高了耐热性(专利文献1和专利文献2)。

[0005] 但是,岩棉原料中的氧化铁在熔解时被部分还原,因此金属铁堆积于熔解炉的底部。因此,若岩棉原料中铁分多,则定期抽出金属铁的作业频率升高。这会降低岩棉的时间生产率,因此从生产方面来看需要极力降低岩棉原料中的氧化铁的混配比例。

[0006] 从这种方面出发,专利文献3中记载了一种岩棉,其含有35~45质量%的 SiO_2 、10~15质量%的 Al_2O_3 、20~35质量%的 CaO 、10~25质量%的 MgO 、合计为2~10质量%的 FeO 和 Fe_2O_3 ,2价的Fe原子相对于2价的Fe原子和3价的Fe原子的合计的摩尔比为0.8以上,由此即便氧化铁的含量少,耐热性也高。

[0007] 现有技术文献

[0008] 专利文献

[0009] 专利文献1:日本特公平6-45472号公报

[0010] 专利文献2:日本特公平6-65617号公报

[0011] 专利文献3:国际公开第2012/176799号

发明内容

[0012] 发明所要解决的课题

[0013] 专利文献3中记载的岩棉需要将2价的Fe与3价的Fe的摩尔比调整到规定范围内,可选择的原料受限。因此,在岩棉等无机纤维中,希望即便氧化铁的含量少,耐热性也高,在扩大原料选择的同时进一步提高生产率。

[0014] 另外,从提高岩棉等无机纤维的耐热性的方面出发,发明人发现了下述新的课题:即便在添加Fe以外的过渡金属的化合物的情况下,同样生产率降低、可选择的原料受限。

[0015] 本发明是鉴于上述课题而进行的,本发明的目的在于提供一种耐热性高、原料的选择也广、生产率高的无机纤维、无机纤维制品、无机纤维制品的制造方法、无机纤维制造

用组合物和无机纤维的制造方法。

[0016] 用于解决课题的手段

[0017] 本发明人进行了深入研究,结果新发现了,通过使CaO与MgO的合计相对于SiO₂与Al₂O₃的合计的摩尔比所表示的摩尔碱度、以及无机纤维中包含的过渡金属化合物与SO₃的总量为规定范围内,可得到耐热性高的无机纤维,由此完成了本发明。

[0018] 因此,根据本发明的无机纤维,上述课题可通过如下方式得以解决:过渡金属化合物与SO₃的总量Q为0.5质量%以上,CaO与MgO的合计相对于SiO₂与Al₂O₃的合计的摩尔比(mol%(CaO+MgO)/mol%(SiO₂+Al₂O₃))所表示的摩尔碱度P为0.6以上并满足下述式(1): $-3.3 \times P + 5.1 \leq Q(1)$ 。

[0019] 此时,上述过渡金属化合物可以为选自包含Fe、Mn、Cu、Ni、Co、Zr、V、Nb、Mo、W、Y的组中的至少1种的化合物。

[0020] 此时,1110℃的热收缩率可以为14%以下。

[0021] 此时,无机纤维可以具有下述组成。

[0022] SiO₂:25重量%~45重量%

[0023] Al₂O₃:5重量%~25重量%

[0024] CaO:15重量%~50重量%

[0025] MgO:3重量%~20重量%

[0026] 过渡金属化合物:0.1重量%~14重量%

[0027] SO₃:0.1重量%~10重量%

[0028] 此时,可以进一步具有下述成分。

[0029] Na₂O:0重量%~10重量%

[0030] K₂O:0重量%~10重量%

[0031] 此时,可以含有选自包含P₂O₅、Li₂O、Na₂O和K₂O的组中的至少1种以上,P₂O₅、Li₂O、Na₂O和K₂O的总量为3重量%~10重量%。

[0032] 此时,可以为选自由岩棉、石棉、渣棉、矿棉、玻璃棉和矿物玻璃棉组成的组中的至少1种以上。

[0033] 根据本发明的无机纤维制品,上述课题可通过包含上述的无机纤维而得以解决。

[0034] 此时,无机纤维制品可以为绝热材料或耐火材料。

[0035] 根据本发明的无机纤维制品的制造方法,上述课题可通过将上述的无机纤维成型而得以解决。

[0036] 根据本发明的无机纤维制造用组合物,上述课题可通过如下方式得以解决:过渡金属化合物与SO₃的总量Q为0.5质量%以上,CaO与MgO的合计相对于SiO₂与Al₂O₃的合计的摩尔比(mol%(CaO+MgO)/mol%(SiO₂+Al₂O₃))所表示的摩尔碱度P为0.6以上并满足下述式(1): $-3.3 \times P + 5.1 \leq Q(1)$ 。

[0037] 根据本发明的无机纤维的制造方法,上述课题可通过如下方式得以解决:将上述的无机纤维制造用组合物溶解,接着进行纤维化,由此得到无机纤维。

[0038] 发明效果

[0039] 根据本发明,能够提供一种耐热性高、原料的选择也广、生产率高的无机纤维、无机纤维制品、无机纤维制品的制造方法、无机纤维制造用组合物和无机纤维的制造方法。

附图说明

[0040] 图1是抽出试验1的各样品中1110℃的热收缩率为14%以下的样品(上图)、1110℃熔融的样品(下图),以摩尔碱度P为横轴、过渡金属化合物与硫的总含量Q为纵轴作图而成的曲线图。

[0041] 图2是抽出试验1的各样品中1110℃的热收缩率为12%以下的样品(上图)、收缩率超过12%的样品(下图),以摩尔碱度P为横轴、过渡金属化合物与硫的总含量Q为纵轴作图而成的曲线图。

[0042] 图3是抽出试验1的各样品中1110℃的热收缩率为10%以下的样品(上图)、收缩率超过10%的样品(下图),以摩尔碱度P为横轴、过渡金属化合物与硫的总含量Q为纵轴作图而成的曲线图。

[0043] 图4是抽出试验1的各样品中摩尔碱度P为1.4的样品,以过渡金属化合物与硫的总含量Q为横轴、结晶峰温度为纵轴作图而成的曲线图。

[0044] 图5是抽出试验1的各样品中过渡金属化合物与硫的总含量Q为4.2质量%的样品,以摩尔碱度P为横轴、结晶峰温度为纵轴作图而成的曲线图。

[0045] 图6是以试验1的各样品的结晶峰温度为横轴、1110℃的热收缩率为纵轴作图而成的曲线图。

[0046] 图7是对试验2的各无机纤维样品以摩尔碱度P为横轴、过渡金属化合物与硫的总含量Q为纵轴作图而成的曲线图。

具体实施方式

[0047] 以下,参照图1~图7对本发明的实施方式(以下记为本实施方式)进行说明。本实施方式涉及无机纤维、无机纤维制品、无机纤维制品的制造方法、无机纤维制造用组合物和无机纤维的制造方法的发明。

[0048] <定义>

[0049] 本申请说明书中,○重量%~△重量%是指○重量%以上△重量%以下。

[0050] 本申请说明书中,各成分的含量以氧化物换算表示,可通过荧光X射线分析(XRF)进行测定。此处,即便各成分的含量以氧化物换算表示,也不一定将各成分以氧化物形式含有。例如,各成分(S、Fe)不是以氧化物(SO₃、Fe₂O₃)形式包含,而是各成分彼此以硫化物(FeS)这样的化合物的形式包含。

[0051] <无机纤维和无机纤维制造用组合物>

[0052] 本实施方式的无机纤维(矿物纤维)是主要由硅石、安山岩等各种天然矿物、粘土、炉渣和玻璃等原料或者将它们粉碎而成的物质制造的纤维状物质。作为无机纤维,可示例出选自自由岩棉、石棉、渣棉、矿棉、玻璃棉以及矿物玻璃棉组成的组中的至少1种以上。从耐热性的方面出发,本实施方式的无机纤维适合为岩棉或渣棉。

[0053] 此处,无机纤维制造用组合物是指成为制造无机纤维时的原料的组合物,其状态没有特别限定,可示例出:各成分以混合而成的固化物的形式存在的状态;各成分熔融的状态;各成分以粉末的形式存在的状态;等。

[0054] 本实施方式的无机纤维和无机纤维制造用组合物含有SiO₂、Al₂O₃、CaO、MgO、Fe₂O₃等过渡金属化合物、SO₃作为必要成分,过渡金属化合物与SO₃的总量Q为0.5质量%以上,CaO

与MgO的合计相对于SiO₂与Al₂O₃的合计的摩尔比(mol% (CaO+MgO)/mol% (SiO₂+Al₂O₃))所表示的摩尔碱度P为0.6以上并满足下述式(1) : $-3.3 \times P + 5.1 \leq Q$ (1) 或下述式(1') : $-3.3 \times P + 5.1 < Q$ (1')。

[0055] 另外,无机纤维和无机纤维制造用组合物优选的是,过渡金属化合物与SO₃的总量Q为0.5质量%以上,摩尔碱度P为0.6以上,满足下述式(2) : $-7.5 \times P + 11.0 \leq Q$ (2) 或下述式(2') : $-7.5 \times P + 11.0 < Q$ (2')。

[0056] 此外,无机纤维和无机纤维制造用组合物更优选的是,过渡金属化合物与SO₃的总量Q为2.5质量%以上,摩尔碱度P为0.6以上,满足下述式(3) : $-6.7 \times P + 11.9 \leq Q$ (3) 或下述式(2') : $-6.7 \times P + 11.9 < Q$ (3')。

[0057] (过渡金属化合物与硫的含量(Q))

[0058] 过渡金属化合物与硫(SO₃)的总含量Q对无机纤维的耐热性起到重要的作用。本实施方式的无机纤维和无机纤维制造用组合物中,将无机纤维中包含的成分的合计设为100质量%时,从耐热性的方面出发,过渡金属化合物与硫的总含量Q(质量%)的下限值为0.5质量%以上、优选为1.0质量%以上、更优选为2.5质量%以上。

[0059] 此处,原料中的过渡金属化合物在熔解时被部分还原,作为金属堆积于熔解炉的底部,因此优选将过渡金属化合物的量抑制为较低。另外,在将岩棉纤维化时,若硫多,则装置中使用的铁分被侵蚀,因此优选将硫的量抑制为较低。

[0060] 具体而言,从生产率的方面出发,过渡金属化合物与硫的总含量Q(质量%)的上限值为15质量%以下、优选为12质量%以下、更优选为10质量%以下。

[0061] (摩尔碱度(P))

[0062] 摩尔碱度P由CaO与MgO的合计相对于SiO₂与Al₂O₃的合计的摩尔比(mol% (CaO+MgO)/mol% (SiO₂+Al₂O₃))表示。具体而言,在将岩棉中包含的成分的摩尔比的合计设为100mol%时,摩尔碱度P通过CaO与MgO的合计(mol%)除以SiO₂与Al₂O₃的合计(mol%)而得到。需要说明的是,在包含其他微量成分(相当于不可避免的杂质)的情况下,摩尔比的计算中除去该其他微量成分来进行计算。

[0063] 摩尔碱度P是形成无机纤维的玻璃骨架的SiO₂和Al₂O₃与切断无机纤维的骨架的CaO和MgO的比例,是无机纤维的骨架的稳定性的指标。本实施方式的岩棉中,摩尔碱度P为0.4~2.0、优选为0.5~1.7、更优选为0.6~1.6。

[0064] 若摩尔碱度P低,则无机纤维制造用组合物的粘性变得过高,无法适当地熔解,生产率降低。需要说明的是,若摩尔碱度P高,则玻璃骨架变得不稳定,在加热时原子发生移动而容易晶体化,因此即便添加的过渡金属化合物的量少,耐热性也良好。需要说明的是,若摩尔碱度P过高,则容易发生晶体化而有可能变脆,因此优选为上述数值范围内。

[0065] 本实施方式的无机纤维和无机纤维制造用组合物中,过渡金属化合物为选自包含Fe、Mn、Cu、Ni、Co、Zr、V、Nb、Mo、W、Y的组中的至少1种的化合物。Fe、Mn、Cu、Ni、Co、Zr、V、Nb、Mo、W、Y的化合物在无机纤维的制造工序中与硫反应而形成硫化物(FeS、MnS、CuS、NiS、CoS等)。

[0066] 无机纤维和无机纤维制造用组合物例如具有下述组成,但不限于该组成。

[0067] SiO₂:25重量%~45重量%、优选为25重量%~40重量%

[0068] Al₂O₃:5重量%~25重量%、优选为7重量%~20重量%

[0069] CaO:15重量%~50重量%、优选为20重量%~46重量%

[0070] MgO:3重量%~20重量%、优选为5重量%~15重量%

[0071] 过渡金属化合物(Fe₂O₃、MnO等):0.1重量%~14重量%、优选为1重量%~12重量%

[0072] Na₂O:0重量%~10重量%、优选为0重量%~5重量%、更优选为0重量%~3重量%、进一步优选为0重量%~2重量%

[0073] K₂O:0重量%~10重量%、优选为0重量%~5重量%、更优选为0重量%~3重量%、进一步优选为0重量%~2重量%

[0074] SO₃:0.1重量%~10重量%、优选为0.5重量%~6.1重量%

[0075] 此时,可以利用碱金属或磷进行粘度调整。具体而言,含有选自包含P₂O₅、Li₂O、Na₂O和K₂O的组中的至少1种以上,从生产率的方面出发,以氧化物换算计将P₂O₅+Li₂O+Na₂O+K₂O的含量增多至3重量%~10重量%,由此也可以调整熔融粘度。

[0076] (结晶峰温度)

[0077] 本实施方式的无机纤维和无机纤维制造用组合物的结晶峰温度为920℃以下、优选为900℃以下、更优选为895℃以下。此处,结晶峰温度是指构成无机纤维的成分发生晶体化时的温度,例如可以通过差热分析装置(DTA)、差示扫描量热测定(DSC)由升温时的放热峰的值求出。本实施方式中,结晶峰温度例如可以使用DTA(差热分析装置)定义为以升温速度20℃/分钟加热至1000℃时的放热峰温度。

[0078] 本实施方式的无机纤维和无机纤维制造用组合物发生软化变形的温度(软化点)高于结晶峰温度。即,由于在无机纤维因加热而软化变形之前存在微晶,因此软化未进行,即便暴露于高温下也不发生纤维的弯曲、热粘。

[0079] 此处,软化点是指无机纤维和无机纤维制造用组合物开始显著地软化变形的温度,例如可以通过JIS R 3103-1:2001中规定的方法测定求出。

[0080] (热收缩率)

[0081] 关于本实施方式的无机纤维制造用组合物的热收缩率,在利用实施例中记载的方法测定时,在1110℃的加热后为14%以下、优选为12%以下、更优选为11%以下、进一步优选为10%以下。

[0082] (耐热性表现的机理)

[0083] 使表面尽可能小的表面张力作用于无机纤维的纤维表面。若纤维软化形成可变形的状态,则由于表面张力的影响而使纤维变粗、或变形。若纤维的软化进一步进行,则纤维交点发生热粘,最终熔融。可维持作为纤维形态不发生变化而在纤维间具有空隙的绝热材料的形状的温度越高,则无机纤维和无机纤维绝热材料的耐热性越优异。

[0084] 无机纤维在未加热的状态下为非晶质。此处,非晶质是指不像晶体那样原子具有规则排列的状态,晶质是指构成物质的原子具有空间规则性,与相邻原子呈三维周期性排列,是稳定的结构。

[0085] 非晶质的玻璃在从室温进行加热时发生软化变形,但被称为结晶化玻璃的特殊组成的玻璃在到达软化变形温度前状态开始由非晶质变化为晶质,因此不发生软化变形,而变化为微晶的凝聚体。

[0086] 因此,本发明人着眼于在软化变形前晶质状态是否存在对于无机纤维的弯曲、热

粘很重要。具体而言,在本实施方式的无机纤维中,通过使摩尔碱度P和过渡金属化合物与硫(SO₃)的总含量Q的值在上述规定范围内,在因加热而软化变形前存在微晶,由此软化不进行,即便暴露于1100℃以上的高温下也不发生纤维的弯曲、热粘。

[0087] <无机纤维的制造方法>

[0088] 本实施方式的无机纤维的制造方法除了使用与上述无机纤维的组成具有同样组成的无机纤维制造用组合物(无机纤维原料)以外,可以利用以往用于无机纤维的制造的公知的方法。

[0089] 本实施方式的无机纤维的制造方法的特征在于,将无机纤维制造用组合物熔解(熔解工序),接着进行纤维化(纤维化工序),由此得到无机纤维。更详细而言,本发明的无机纤维的制造方法利用冲天炉、电炉等将无机纤维制造用组合物熔解,接着通过纺丝、喷纺等进行纤维化,得到无机纤维。

[0090] 在利用电炉进行无机纤维的制造时,与冲天炉相比原料的范围更宽,因此优选。在使用电炉的情况下,由于不进行鼓风,无机纤维中容易包含硫成分。另外,冲天炉使用焦炭作为热源和还原剂,并向粉体鼓风。从环境保护的方面出发,在冲天炉中安装脱硫装置。本实施方式的无机纤维的制造方法中,使过渡金属化合物与硫反应而形成硫化物,因此可抑制硫成分释放到环境中。

[0091] <无机纤维制品的制造方法>

[0092] 本实施方式的无机纤维在集棉室进行集棉,根据用途进行开纤、粒状化而制成粒状棉,或者添加粘结剂并在固化炉中固化,调整为规定的密度、厚度,加工成板状、垫状、毡状、毯状、带状、筒状等的无机纤维制品(成型品、二次制品)。

[0093] <无机纤维制品>

[0094] 可以由本实施方式的无机纤维获得各种无机纤维制品(二次制品)。例如,得到散料、毯、块料、绳、纱线、纺织品、涂布有表面活性剂的无机纤维、减少或去除了丸粒(未纤维化)的无丸粒散料、使用水等溶剂制造的板、模具、纸、毡、浸渗有胶态二氧化硅的湿毡等定形品。另外,得到将这些定形品用胶体等处理得到的定形品。另外,还得到使用水等溶剂制造的无定形材料(胶粘剂、脚轮、涂布材料等)。另外,还得到将这些定形品、无定形品与各种发热体组合而成的结构体。

[0095] 作为本实施方式的无机纤维的具体用途,可示例出保护钢筋等的耐火被覆材料、各种建筑物的绝热材料、各种配管等的覆盖材料、热处理装置、工业窑炉或焚烧炉等炉中的接缝材料、耐火砖、绝热砖、铁皮、灰浆耐火物等填充间隙的接缝材料、密封材料、封装材料、缓冲材料、绝热材料、耐火材料、防火材料、保温材料、保护材料、被覆材料、过滤材料、过滤器材料、绝缘材料、填充材料、维修材料、耐热材料、不燃材料、隔音材料、吸音材料、摩擦材料(例如刹车片用添加材料)、玻璃板/钢板传送用辊、汽车催化剂载体保持材料、各种纤维增强复合材料(例如纤维增强水泥、纤维增强塑料等增强用纤维、耐热材料、耐火材料的增强纤维、粘接剂、涂布材料等增强纤维)等。

[0096] 实施例

[0097] 以下,基于具体的实施例来具体说明本发明,但本发明并不限于这些实施例。

[0098] <样品的制作>

[0099] 按照表1~表4所示的组成混合试剂类(合计60~65g)。此时,添加了碳(2~3g)。将

混合后的试剂类放入坩埚,用电炉加热至1500℃,使其熔融。升温至1500℃并保持15~30分钟后,将熔融物投入水中,由此使其骤冷并玻璃化。将骤冷得到的玻璃用研钵和球磨机粉碎,施加300~400kg的载荷进行单向压制成型,由此制作出粒料、即无机纤维制造用组合物(尺寸 ϕ 7mm \times 17mm)。

[0100] <试验1:耐热性和结晶峰温度的评价>

[0101] (耐热性)

[0102] 作为耐热性的评价,测定了样品的热收缩率。具体而言,将样品设置于电炉内,沿着模拟IS0834的加热曲线的升温速度加热至1110℃。在加热前后测定各样品的直径,由其尺寸变化测定收缩率。具体而言,以热收缩率(%) = (加热前的样品直径 - 加热后的样品直径) / 加热前的样品直径 \times 100算出。

[0103] 在以下讨论中,在上述加热条件下加热时,样品的粒料不熔融而能够适当地测定收缩率的情况下,判断为具有耐热性。

[0104] (结晶峰温度)

[0105] 关于样品的结晶峰温度,使用DTA(差热分析装置)通过以升温速度20℃/分钟加热至1000℃时的放热峰温度求出。

[0106] (试验1的结果)

[0107] 将试验1的结果示于表1~表4和图1~图6。需要说明的是,在以下所示的各表中,在组成(质量%)的栏中将微量成分(相当于不可避免的杂质)作为“其他”归纳表示,在组成(mol%)的栏中除去“其他”成分来进行计算。

[0108] 【表1】

[0109]

	组成(质量%)											组成(mol%)						物性					
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	SO ₃	其他	Fe ₂ O ₃ +SO ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	SO ₃	摩尔碱度	收缩率(%)	结晶温度(°C)
实施例1	30.7	14.6	40.9	8.3	3.0	0.3	0.4	0.7	1.0	0.1	4.0	31.2	8.7	44.5	12.6	1.2	0.3	0.3	0.5	0.7	1.4	4.2	-
实施例2	28.5	15.0	45.8	7.7	0.7	0.0	0.4	0.9	0.6	0.4	1.3	28.5	8.9	49.2	11.5	0.3	0.0	0.3	0.7	0.4	1.6	10.6	-
实施例3	33.8	12.3	43.4	7.5	0.2	0.0	0.3	1.3	0.8	0.4	1.0	33.5	7.2	46.1	11.0	0.1	0.0	0.2	0.9	0.6	1.4	11.2	-
实施例4	32.6	13.5	42.4	7.4	0.9	0.3	0.6	1.0	0.9	0.4	1.8	32.6	7.9	45.6	11.1	0.4	0.3	0.4	0.8	0.7	1.4	11.5	895
实施例5	33.4	11.8	42.2	7.8	1.5	0.0	0.6	1.1	1.2	0.4	2.7	33.4	6.9	45.2	11.6	0.6	0.0	0.4	0.8	0.9	1.4	11.6	-
实施例6	32.4	12.9	42.6	7.6	0.9	0.3	0.6	1.0	1.4	0.4	2.3	32.4	7.6	45.6	11.3	0.3	0.3	0.4	0.8	1.1	1.4	11.3	-
实施例7	31.4	14.1	42.5	7.7	1.1	0.3	0.6	0.7	1.4	0.4	2.4	31.5	8.3	45.7	11.6	0.4	0.2	0.4	0.5	1.0	1.4	10.8	-
实施例8	25.7	16.0	44.5	8.1	2.6	0.3	0.5	1.0	1.0	0.3	3.6	26.2	9.6	48.5	12.3	1.0	0.3	0.3	0.8	0.8	1.7	7.4	-
实施例9	41.4	12.9	33.8	6.5	2.2	0.2	0.6	0.9	1.1	0.3	3.3	42.2	7.8	36.9	9.9	0.9	0.2	0.4	0.7	0.8	0.9	14.0	-
实施例10	26.0	13.3	45.7	8.5	2.0	0.3	0.5	1.0	2.3	0.4	4.2	26.1	7.8	49.2	12.8	0.7	0.3	0.3	0.8	1.7	1.8	2.6	795
实施例11	26.2	15.1	44.2	8.4	3.0	0.3	0.5	0.8	1.1	0.3	4.1	26.6	9.1	48.1	12.7	1.1	0.3	0.3	0.6	0.9	1.7	5.0	-
实施例12	32.1	12.5	40.8	8.1	1.8	0.2	0.5	0.9	2.7	0.4	4.5	32.3	7.4	43.9	12.1	0.7	0.2	0.3	0.7	2.1	1.4	9.4	-
实施例13	30.9	12.0	41.6	7.3	1.1	0.2	0.6	1.1	4.7	0.4	5.8	31.2	7.1	45.0	11.0	0.4	0.2	0.4	0.8	3.5	1.5	5.0	-
实施例14	33.3	12.5	40.6	8.2	0.5	0.3	0.4	0.9	3.0	0.4	3.5	33.2	7.4	43.4	12.1	0.2	0.3	0.3	0.7	2.2	1.4	7.4	-
实施例15	32.4	11.4	41.3	7.8	0.7	0.2	0.5	1.1	4.2	0.3	4.9	32.4	6.7	44.3	11.6	0.3	0.2	0.3	0.8	3.1	1.4	5.8	-
实施例16	31.6	12.0	40.3	7.7	2.7	0.3	0.5	0.9	2.6	1.4	5.2	32.3	7.2	44.2	11.8	1.0	0.3	0.3	0.7	2.0	1.4	9.2	-
实施例17	31.9	12.5	41.7	7.8	0.7	0.2	0.5	0.9	3.3	0.4	4.0	32.0	7.4	44.7	11.6	0.3	0.2	0.3	0.7	2.5	1.4	8.3	-
实施例18	31.1	12.1	43.3	7.6	0.8	0.3	0.5	0.9	3.1	0.4	3.9	31.1	7.1	46.3	11.4	0.3	0.3	0.3	0.7	2.3	1.5	7.3	-
实施例19	31.3	13.7	40.2	7.9	4.0	0.3	0.5	0.7	0.9	0.3	4.9	32.0	8.3	44.0	12.1	1.6	0.3	0.3	0.6	0.7	1.4	9.3	-
实施例20	32.0	12.8	41.4	7.8	2.9	0.0	0.5	0.9	1.3	0.4	4.2	32.4	7.6	44.8	11.7	1.1	0.0	0.3	0.7	1.0	1.4	7.6	887
实施例21	31.4	12.9	38.7	7.5	5.6	0.3	0.5	0.8	1.8	0.5	7.4	32.5	7.9	43.0	11.5	2.2	0.3	0.3	0.6	1.4	1.3	2.0	-
实施例22	33.1	11.0	41.9	7.7	0.6	0.3	0.5	1.1	3.4	0.4	4.1	33.0	6.4	44.6	11.5	0.2	0.3	0.3	0.8	2.6	1.4	6.6	-
实施例23	31.7	12.3	40.3	7.7	0.7	0.3	0.5	0.9	5.1	0.4	5.8	31.9	7.3	43.5	11.5	0.3	0.3	0.3	0.7	3.8	1.4	4.8	-
实施例24	30.5	12.4	39.9	7.9	2.8	0.3	0.5	1.0	4.3	0.4	7.1	31.0	7.5	43.4	12.0	1.1	0.3	0.3	0.8	3.3	1.4	2.0	857
实施例25	29.3	14.9	39.3	7.7	2.9	0.3	0.5	1.0	3.5	0.4	6.4	30.2	9.1	43.4	11.8	1.1	0.3	0.3	0.8	2.7	1.4	2.8	-
实施例26	29.7	16.2	37.0	6.4	2.6	0.3	0.5	0.9	6.1	0.4	8.6	31.1	10.0	41.5	10.0	1.0	0.3	0.3	0.7	4.8	1.3	2.2	-
实施例27	38.2	13.9	30.9	6.4	2.5	0.3	0.5	1.0	5.9	0.3	8.5	39.8	8.5	34.4	10.0	1.0	0.3	0.4	0.8	4.6	0.9	3.8	-
实施例28	38.6	15.1	30.0	6.1	2.9	0.3	0.5	0.7	5.3	0.4	8.2	40.5	9.4	33.7	9.5	1.2	0.3	0.4	0.6	4.2	0.9	4.5	-
实施例29	33.0	13.8	37.4	7.1	4.9	0.3	0.6	0.9	1.5	0.4	6.5	34.2	8.4	41.6	10.9	1.9	0.3	0.4	0.7	1.2	1.2	9.9	-
实施例30	33.5	14.0	37.1	7.1	1.2	0.3	0.6	0.9	4.9	0.4	6.1	34.3	8.4	40.7	10.7	0.5	0.3	0.4	0.7	3.8	1.2	9.2	-

[0110]

【表2】

[0111]

	组成(质量%)											组成(mol%)						物性					
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	SO ₃	其他	Fe ₂ O ₃ +SO ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	TiO ₂	SO ₃	摩尔碱度	收缩率(%)	结晶温度(°C)			
实施例31	34.2	14.2	37.9	7.0	1.3	0.3	0.6	0.7	3.5	0.3	4.8	34.8	8.5	41.3	10.7	0.5	0.3	0.4	0.6	2.7	1.2	9.8	-
实施例32	35.4	15.1	39.0	5.9	1.3	0.3	0.6	0.9	1.2	0.4	2.5	36.2	9.1	42.7	9.0	0.5	0.3	0.4	0.7	0.9	1.1	12.5	-
实施例33	33.5	9.9	41.4	8.1	0.1	0.2	0.5	1.1	4.7	0.4	4.8	33.1	5.8	43.9	12.0	0.0	0.2	0.3	0.8	3.5	1.4	2.3	-
实施例34	35.8	11.4	39.9	6.9	0.8	0.3	0.6	1.1	2.7	0.5	3.6	35.9	6.7	42.8	10.3	0.3	0.3	0.4	0.8	2.1	1.2	10.9	-
实施例35	29.5	13.9	39.8	7.6	1.6	0.3	0.5	1.0	5.4	0.4	7.1	30.1	8.4	43.5	11.6	0.6	0.3	0.3	0.8	4.2	1.4	3.4	-
实施例36	40.7	14.9	33.7	5.7	1.1	0.2	0.6	0.9	1.7	0.4	2.8	41.8	9.0	37.0	8.7	0.4	0.2	0.4	0.7	1.3	0.9	13.6	-
实施例37	34.4	9.9	42.5	7.4	0.1	0.3	0.6	0.8	3.7	0.4	3.7	34.0	5.7	45.0	10.9	0.0	0.3	0.4	0.6	2.7	1.4	4.3	-
实施例38	35.7	11.6	39.5	7.1	0.5	0.3	0.6	1.1	3.2	0.4	3.7	35.8	6.9	42.4	10.5	0.2	0.3	0.4	0.8	2.4	1.2	11.2	-
实施例39	29.5	13.2	41.3	7.7	1.3	0.2	0.5	0.8	5.1	0.3	6.4	29.9	7.9	44.8	11.7	0.5	0.2	0.3	0.6	3.9	1.5	3.0	-
实施例40	28.3	15.3	41.4	8.1	4.4	0.2	0.5	0.9	0.5	0.4	4.8	29.1	9.3	45.6	12.4	1.7	0.2	0.3	0.7	0.4	1.5	9.2	-
实施例41	32.3	12.7	42.7	7.5	0.7	0.3	0.6	1.0	1.8	0.4	2.5	32.2	7.4	45.7	11.2	0.3	0.3	0.4	0.7	1.3	1.4	11.2	-
实施例42	36.6	13.4	36.0	6.8	1.4	0.2	0.6	0.9	3.8	0.4	5.1	37.3	8.1	39.3	10.4	0.5	0.2	0.4	0.7	2.9	1.1	10.0	-
实施例43	36.6	12.6	37.2	7.2	1.8	0.3	0.6	0.9	2.4	0.3	4.2	37.1	7.5	40.3	10.9	0.7	0.3	0.4	0.7	1.8	1.1	11.5	-
实施例44	36.0	13.3	37.2	7.1	2.7	0.3	0.6	0.8	1.7	0.4	4.4	36.7	8.0	40.6	10.8	1.0	0.3	0.4	0.6	1.3	1.1	10.7	-
实施例45	33.4	9.4	42.5	7.4	4.1	0.4	0.5	0.9	1.0	0.4	5.1	33.5	5.6	45.8	11.1	1.5	0.3	0.3	0.7	0.8	1.5	8.8	-
实施例46	36.8	7.7	42.4	8.0	1.3	0.2	0.3	0.7	2.3	0.4	3.6	36.0	4.5	44.6	11.6	0.5	0.2	0.2	0.5	1.7	1.4	8.5	-
实施例47	29.3	15.6	43.7	6.7	0.9	0.0	0.3	0.9	2.3	0.4	3.2	29.8	9.3	47.5	10.1	0.4	0.0	0.2	0.7	1.8	1.5	4.8	-
实施例48	30.6	14.6	42.1	7.5	1.0	0.2	0.3	1.0	2.4	0.3	3.4	30.9	8.7	45.6	11.3	0.4	0.2	0.2	0.7	1.8	1.4	9.3	-
实施例49	32.0	13.2	41.9	7.7	1.3	0.0	0.3	0.9	2.2	0.6	3.6	32.2	7.8	45.2	11.5	0.5	0.0	0.2	0.7	1.7	1.4	9.5	890
实施例50	30.3	14.5	46.4	4.3	0.6	0.0	0.2	0.8	2.4	0.3	3.0	30.9	8.7	50.7	6.6	0.2	0.0	0.2	0.6	1.8	1.4	8.0	-
实施例51	29.0	14.6	46.2	4.6	2.0	0.1	0.3	0.8	1.9	0.4	3.9	29.8	8.9	50.8	7.1	0.8	0.1	0.2	0.6	1.5	1.5	3.2	-
实施例52	29.9	14.9	46.3	4.6	0.9	0.0	0.2	0.9	2.0	0.4	2.9	30.5	9.0	50.6	7.0	0.4	0.0	0.1	0.7	1.5	1.5	3.7	-
实施例53	27.3	19.4	41.4	7.7	0.4	0.0	0.2	0.8	2.4	0.3	2.8	28.0	11.7	45.5	11.7	0.2	0.0	0.1	0.6	1.9	1.4	7.1	-
实施例54	30.5	14.4	46.0	4.0	1.7	0.0	0.2	0.9	2.0	0.3	3.7	31.3	8.7	50.6	6.1	0.7	0.0	0.2	0.7	1.5	1.4	5.6	-
实施例55	25.9	20.6	39.7	6.6	4.1	0.2	0.2	0.9	1.6	0.3	5.7	27.4	12.8	45.1	10.4	1.6	0.2	0.2	0.7	1.3	1.4	6.4	-
实施例56	35.3	17.3	36.0	6.0	1.2	0.2	0.3	0.8	2.4	0.4	3.7	36.5	10.6	39.9	9.3	0.5	0.2	0.2	0.7	1.9	1.0	11.2	-
实施例57	33.0	18.4	39.2	3.4	2.5	0.0	0.3	0.8	2.0	0.4	4.5	34.9	11.5	44.5	5.4	1.0	0.0	0.2	0.7	1.6	1.1	11.8	-
实施例58	35.9	15.9	39.4	3.1	1.9	0.2	0.3	0.8	2.0	0.3	3.9	37.5	9.8	44.1	4.8	0.7	0.2	0.2	0.7	1.6	1.0	11.6	-
实施例59	35.3	16.6	39.1	3.3	1.8	0.2	0.3	0.9	2.1	0.3	3.9	37.0	10.3	43.9	5.1	0.7	0.2	0.2	0.7	1.6	1.0	11.3	-
实施例60	32.9	17.0	40.9	3.5	1.7	0.2	0.3	1.0	2.2	0.4	3.9	34.4	10.5	45.8	5.5	0.7	0.2	0.2	0.8	1.7	1.1	10.9	-
实施例61	32.7	17.2	41.2	3.3	1.9	0.2	0.3	0.7	2.2	0.3	4.1	34.3	10.7	46.2	5.1	0.7	0.2	0.2	0.5	1.7	1.1	11.6	-
实施例62	31.7	16.4	40.8	5.9	1.2	0.0	0.3	1.0	2.3	0.3	3.5	32.6	10.0	45.0	9.0	0.5	0.0	0.2	0.8	1.8	1.3	10.6	-

[0112]

【表3】

[0113]

	组成(质量%)										组成(mol%)							物性						
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	SO ₃	MnO	其他	Fe ₂ O ₃ +MnO+SO ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	SO ₃	MnO	摩尔碱度	收缩率(%)	结晶温度(°C)	
实施例63	29.6	14.1	38.4	7.9	1.9	0.2	0.3	0.5	1.8	5.3	0.0	9.0	41.9	12.0	0.7	0.2	0.2	0.4	1.3	4.6	1.4	0.9	-	-
实施例64	31.9	13.0	41.2	8.2	0.3	0.0	0.3	1.0	2.0	2.1	0.0	4.5	44.0	12.1	0.1	0.0	0.2	0.7	1.5	1.8	1.4	7.0	-	-
实施例65	30.5	13.9	39.2	7.9	1.9	0.2	0.3	0.8	2.1	3.3	0.1	7.3	42.6	11.9	0.7	0.2	0.2	0.6	1.6	2.8	1.4	1.9	-	-
实施例66	30.2	16.1	36.5	6.6	1.4	0.2	0.4	0.8	2.3	5.4	0.0	9.1	40.5	10.1	0.5	0.2	0.3	0.6	1.8	4.8	1.2	4.0	-	-
实施例67	31.3	15.7	37.4	6.9	1.9	0.0	0.3	1.0	2.2	3.2	0.0	7.3	41.3	10.7	0.7	0.0	0.2	0.8	1.7	2.8	1.2	7.8	-	-
比较例1	42.4	12.2	35.0	6.5	1.2	0.3	0.6	0.7	0.8	-	0.3	1.9	37.8	9.7	0.4	0.3	0.4	0.5	0.6	-	0.9	熔融	-	-
实施例68	34.3	15.5	26.9	8.2	11.3	1.6	1.0	0.7	0.3	-	0.3	11.6	31.4	13.3	4.6	1.6	0.7	0.6	0.2	-	0.9	1.6	-	-
实施例69	36.9	16.2	21.1	8.9	13.8	1.7	0.9	0.1	0.1	-	0.3	13.9	25.1	14.7	5.8	1.8	0.6	0.1	0.1	-	0.8	1.8	-	-
实施例70	36.9	11.7	32.3	5.3	9.8	1.1	0.8	0.7	0.2	1.1	0.2	11.1	37.2	8.4	4.0	1.1	0.6	0.5	0.2	1.0	1.0	3.2	-	-
实施例71	35.6	13.5	33.8	5.6	6.7	1.4	0.8	0.9	0.3	1.4	0.0	8.4	38.2	8.8	2.6	1.4	0.5	0.7	0.2	1.3	1.0	4.9	-	-
实施例72	31.6	14.1	36.5	6.9	7.1	0.3	0.5	1.2	1.4	-	0.3	8.6	41.3	10.8	2.8	0.3	0.4	0.9	1.1	-	1.2	5.3	-	-
实施例73	29.6	13.4	38.8	7.4	0.7	0.0	0.3	0.6	2.5	6.6	0.1	9.8	42.2	11.3	0.3	0.0	0.2	0.5	1.9	5.7	1.4	1.3	-	-
实施例74	30.3	16.5	36.8	6.1	0.8	0.2	0.3	1.0	1.5	6.4	0.0	8.6	40.9	9.4	0.3	0.2	0.2	0.8	1.1	5.6	1.2	3.3	-	-
比较例2	40.0	13.0	38.1	6.2	1.2	0.2	0.3	1.0	0.0	-	0.0	1.2	41.1	9.2	0.5	0.1	0.2	0.8	0.0	-	1.0	熔融	-	-
比较例3	31.1	23.0	36.9	6.4	1.2	0.2	0.3	0.9	0.0	-	0.0	1.2	41.5	10.0	0.5	0.2	0.2	0.7	0.0	-	1.1	熔融	-	-

[0114]

【表4】

[0115]

	组成 (质量%)											过渡金属氧化物 + SO ₃									
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	SO ₃	其他	CuO		NiO	CoO	ZrO ₂	V ₂ O ₅	Nb ₂ O ₅	MoO ₂	WO ₂	Y ₂ O ₃	
实施例75	30.4	13.4	39.1	7.8	1.7	0.0	0.3	0.7	2.8	0.3	3.5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	8.0
实施例76	32.4	15.0	41.2	7.5	0.5	0.1	0.3	0.8	1.2	0.0	-	1.0	-	-	-	-	-	-	-	-	2.7
实施例77	30.2	17.2	39.6	10.8	0.1	0.2	0.3	0.9	0.3	0.1	-	0.4	-	-	-	-	-	-	-	-	0.8
实施例78	32.5	16.4	36.4	5.8	2.0	0.2	0.2	0.8	1.4	0.4	-	-	4.0	-	-	-	-	-	-	-	7.3
实施例79	31.0	14.7	38.8	5.7	2.0	0.2	0.3	0.9	2.0	0.3	-	-	-	4.1	-	-	-	-	-	-	8.1
实施例80	44.1	10.0	18.8	17.3	1.8	0.0	0.3	0.9	1.7	0.0	-	-	-	-	5.1	-	-	-	-	-	8.6
实施例81	31.8	13.9	38.0	6.9	2.0	0.2	0.3	0.8	1.7	0.3	-	-	-	-	-	4.1	-	-	-	-	7.8
实施例82	32.1	13.5	38.9	7.3	2.0	0.2	0.3	0.7	1.7	0.4	-	-	-	-	-	-	2.8	-	-	-	6.5
实施例83	45.2	13.6	19.0	12.5	2.0	0.1	0.3	0.6	1.8	0.3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4.5	8.3

	组成 (mol%)														物性 收缩率 (%)						
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	SO ₃	CuO	NiO	CoO	ZrO ₂	V ₂ O ₅		Nb ₂ O ₅	MoO ₂	WO ₂	Y ₂ O ₃	摩尔碱度	
实施例75	31.0	8.0	42.8	11.9	0.6	0.0	0.2	0.6	2.1	2.7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.4	3.1
实施例76	32.6	8.9	44.5	11.2	0.2	0.1	0.2	0.6	0.9	-	0.8	-	-	-	-	-	-	-	-	1.3	11.9
实施例77	30.1	10.1	42.2	16.0	0.0	0.2	0.2	0.7	0.2	-	0.3	-	-	-	-	-	-	-	-	1.4	11.9
实施例78	34.4	10.2	41.3	9.1	0.8	0.2	0.2	0.7	1.1	-	-	2.0	-	-	-	-	-	-	-	1.1	9.2
实施例79	32.8	9.2	44.1	8.9	0.8	0.2	0.2	0.7	1.6	-	-	-	1.4	-	-	-	-	-	-	1.3	9.4
实施例80	44.2	5.9	20.1	25.8	0.7	0.0	0.2	0.7	1.3	-	-	-	-	1.2	-	-	-	-	-	0.9	7.5
实施例81	33.2	8.5	42.4	10.7	0.8	0.2	0.2	0.7	1.4	-	-	-	-	-	2.0	-	-	-	-	1.3	6.6
实施例82	33.2	8.3	43.2	11.3	0.8	0.2	0.2	0.6	1.3	-	-	-	-	-	-	0.8	-	-	-	1.3	9.0
实施例83	47.0	8.3	21.1	19.3	0.8	0.2	0.2	0.5	1.4	-	-	-	-	-	-	-	1.2	-	-	0.7	9.4

[0116] 图1是以各样品的摩尔碱度P为横轴、过渡金属化合物(Fe₂O₃/MnO)与硫的总含量Q为纵轴作图而成的曲线图。图1的上图是抽出各样品中1110℃的热收缩率为14%以下的样

品的曲线图。另外,图1的下图是抽出1110℃熔融的样品的曲线图。

[0117] 如图1中虚线所示,表明:在耐热性优异的样品(1110℃的收缩率为14%以下)中,过渡金属化合物与硫的总含量Q为0.5质量%以上,P和Q满足下述式(1)。

$$[0118] \quad -3.3 \times P + 5.1 \leq Q \quad (1)$$

[0119] 图2的上图是抽出各样品中1110℃的热收缩率为12%以下的样品的曲线图。另外,图2的下图是抽出1110℃的热收缩率超过12%的样品的曲线图。

[0120] 如图2中虚线所示,表明:在耐热性更优异的样品(1110℃的热收缩率为12%以下)中,过渡金属化合物与硫的总含量Q为0.5质量%以上,P和Q满足下述式(2)。

$$[0121] \quad -7.5 \times P + 11.0 \leq Q \quad (2)$$

[0122] 图3的上图是抽出各样品中1110℃的热收缩率为10%以下的样品的曲线图。另外,图3的下图是抽出1110℃的热收缩率超过10%的样品的曲线图。

[0123] 如图3中虚线所示,表明:在耐热性更加优异的样品(1110℃的热收缩率为10%以下)中,过渡金属化合物与硫的总含量Q为2.5质量%以上,P和Q满足下述式(3)。

$$[0124] \quad -6.7 \times P + 11.9 \leq Q \quad (3)$$

[0125] 图4是以试验1的各样品(摩尔碱度 $P=1.4$)的过渡金属化合物与硫的总含量Q为横轴、结晶峰温度为纵轴作图而成的曲线图。如图4所示,可知:过渡金属化合物与硫(SO_3)的总含量Q越高,则结晶峰温度越低,晶体化越得到促进。

[0126] 图5是以试验1的各样品(过渡金属化合物与硫的总含量 $Q=4.2$ 质量%)的摩尔碱度P为横轴、结晶峰温度为纵轴作图而成的曲线图。如图5所示,可知:摩尔碱度P越高,结晶峰温度越低,晶体化越得到促进。

[0127] 图6是以试验1的各样品的结晶峰温度为横轴、1110℃的热收缩率为纵轴作图而成的曲线图。如图6所示,可知:结晶峰温度越低,热收缩率越低,耐热性越高。

[0128] <试验2:熔融粘度的测定>

[0129] 制作摩尔碱度P为0.4、0.6、1.6、1.8的样品,测定熔融粘度。测定使用一般的拉球式粘度计进行,使连接到铂线的铂球沉入一定温度的熔融物中,由以规定速度提起时的载荷求出粘度。

[0130] (试验2的结果)

[0131] 将试验2的结果示于下述表5。对于摩尔碱度P为0.4和1.8的样品,从1500℃降低25~50℃的时刻粘度上升至无法进行测定,而对于摩尔碱度P为0.6和1.6的样品,至无法测定粘度为止具有100~200℃的程度的温度范围。

[0132] 【表5】

温度(°C)	摩尔碱度 (P)			
	0.4	0.6	1.6	1.8
1500	121	38	9	24
1475	452			无法测定
1450	无法测定		10	
1425			16	
1400		151	无法测定	
1350		446		
1300		1649		
1275		无法测定		

[0134] ※粘度的单位为泊

[0135] 原料熔融时的粘性是对无机纤维的制造性产生较大影响的指标。无机纤维的制造中,利用冲天炉或电炉使原料熔融后,将约1500℃的熔融物从炉下部流出,通过纺丝法或喷纺法进行纤维化。在纤维化的过程中熔融物被拉伸,但在该过程中熔融物被冷却。即,为了良好地纤维化,优选粘性增加随着熔融物的温度降低是平缓的。因此,由试验2的结果表明:为了将无机纤维良好地纤维化,摩尔碱度P优选为0.6~1.6的范围($0.6 \leq P \leq 1.6$)。

[0136] <试验1的总结>

[0137] 由上述结果新发现了,摩尔碱度P、过渡金属化合物与硫(SO₃)的总含量Q分别对岩棉的耐热性产生影响。具体而言,在岩棉和岩棉制造用组合物中,通过使摩尔碱度P以及过渡金属化合物与硫(SO₃)的总含量Q在上述规定范围内,在因加热而软化变形之前存在微晶,软化未进行,表明即便暴露于1100℃以上的高温下也不发生纤维的弯曲、热粘。

[0138] <试验2:无机纤维的制作>

[0139] 以下,基于具体的实施例,对以上记载的无机纤维用组合物实际制造无机纤维并测定耐热性,实际制作无机纤维并验证了图1~图3所示的关系。需要说明的是,本发明并不限于这些。

[0140] <纤维的制作>

[0141] 按照表6所示的组成将玄武岩等天然石、炉渣、硅砂等各种原料装入电炉或冲天炉中,利用与制造通常的纤维的方法相同的方法熔解原料。之后,使熔解的原料从炉下部流出,通过纺丝法进行纤维化。纤维上附着有粘结剂,通过固化炉,由此得到无机纤维成型体(堆积密度:0.08~0.12g/cm³)。

[0142] <耐热性的评价>

[0143] 作为耐热性的评价,测定了纤维成型体的热收缩率。具体而言,将剪裁成50mm×50mm的成型体样品设置于电炉内,沿着模拟IS0834的加热曲线的升温速度加热至1110℃。在加热前后测定样品的纵向与横向的长度,由其尺寸变化测定收缩率。具体而言,以热收缩率(%)=(加热前的样品长度-加热后的样品长度)/加热前的样品长度×100算出。需要说明的是,表6所示的收缩率是纵向的收缩率与横向的收缩率的平均值。

[0144] 将上述试验的结果示于表6和图7中。

[0145] 【表6】

[0146]

	组成(质量%)										组成(mol%)							物性						
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	SO ₃	MnO	其他	Fe ₂ O ₃ +MnO+SO ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃		Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	SO ₃	MnO	摩尔碱度
实施例84	36.7	16.0	23.4	5.8	13.6	1.6	1.3	1.0	0.1	0.2	0.3	13.9	41.5	10.7	28.4	9.9	5.8	1.7	0.9	0.8	0.1	0.2	0.7	2.5
实施例85	36.1	15.0	25.1	8.1	11.7	1.8	0.9	0.7	0.2	0.2	0.3	12.1	39.4	9.7	29.4	13.2	4.8	1.9	0.6	0.6	0.2	0.2	0.9	3.1
实施例86	35.4	11.5	32.5	5.4	9.6	1.3	0.9	0.7	0.3	1.5	0.9	11.4	38.3	7.3	37.7	8.6	3.9	1.4	0.6	0.6	0.2	1.4	1.0	3.4
实施例87	35.3	10.9	34.8	5.3	8.5	1.1	0.9	0.7	0.3	1.3	0.9	10.1	37.7	6.8	39.9	8.4	3.4	1.2	0.6	0.6	0.3	1.2	1.1	3.5
实施例88	36.6	15.1	26.2	8.4	9.7	1.9	0.9	0.6	0.3	0.2	0.2	10.2	39.4	9.6	30.2	13.4	3.9	1.9	0.6	0.5	0.2	0.2	0.9	5.1
实施例89	31.9	12.6	45.6	5.8	1.2	0.3	0.3	0.7	0.9	0.5	0.3	2.5	32.1	7.5	49.2	8.7	0.5	0.3	0.2	0.6	0.6	0.4	1.5	6.6
比较例4	45.6	10.0	35.0	2.3	1.9	1.7	2.2	0.6	0.3	0.1	0.3	2.3	47.1	6.1	38.7	3.5	0.7	1.7	1.4	0.5	0.2	0.1	0.8	熔融
比较例5	40.7	14.5	35.3	4.3	1.2	1.1	1.0	0.9	0.7	0.2	0.2	2.0	42.0	8.8	39.0	6.5	0.5	1.1	0.7	0.7	0.5	0.2	0.9	熔融
比较例6	41.3	11.1	39.1	5.3	0.1	0.3	0.3	0.8	1.4	0.1	0.2	1.6	41.3	6.5	41.9	7.9	0.0	0.3	0.2	0.6	1.0	0.1	1.0	熔融

[0147] 图7是以各样品的摩尔碱度P为横轴、过渡金属化合物(Fe₂O₃/MnO)与硫的总含量Q为纵轴作图而成的曲线图。

[0148] 另外,图7的2条虚线表示图1~图3所示的下述关系式。

$$[0149] \quad -3.3 \times P + 5.1 \leq Q \quad (1)$$

$$[0150] \quad -6.7 \times P + 11.9 \leq Q \quad (3)$$

[0151] 如图7所示,可以确认:利用纤维成型体进行评价的结果与图1~图3所示的无机纤维制造用组合物的结果的倾向一致。即,可以确认到上述耐热性与组成的关系不仅在无机纤维用组合物中成立,而且在无机纤维中也成立,由此认为可能性极高。

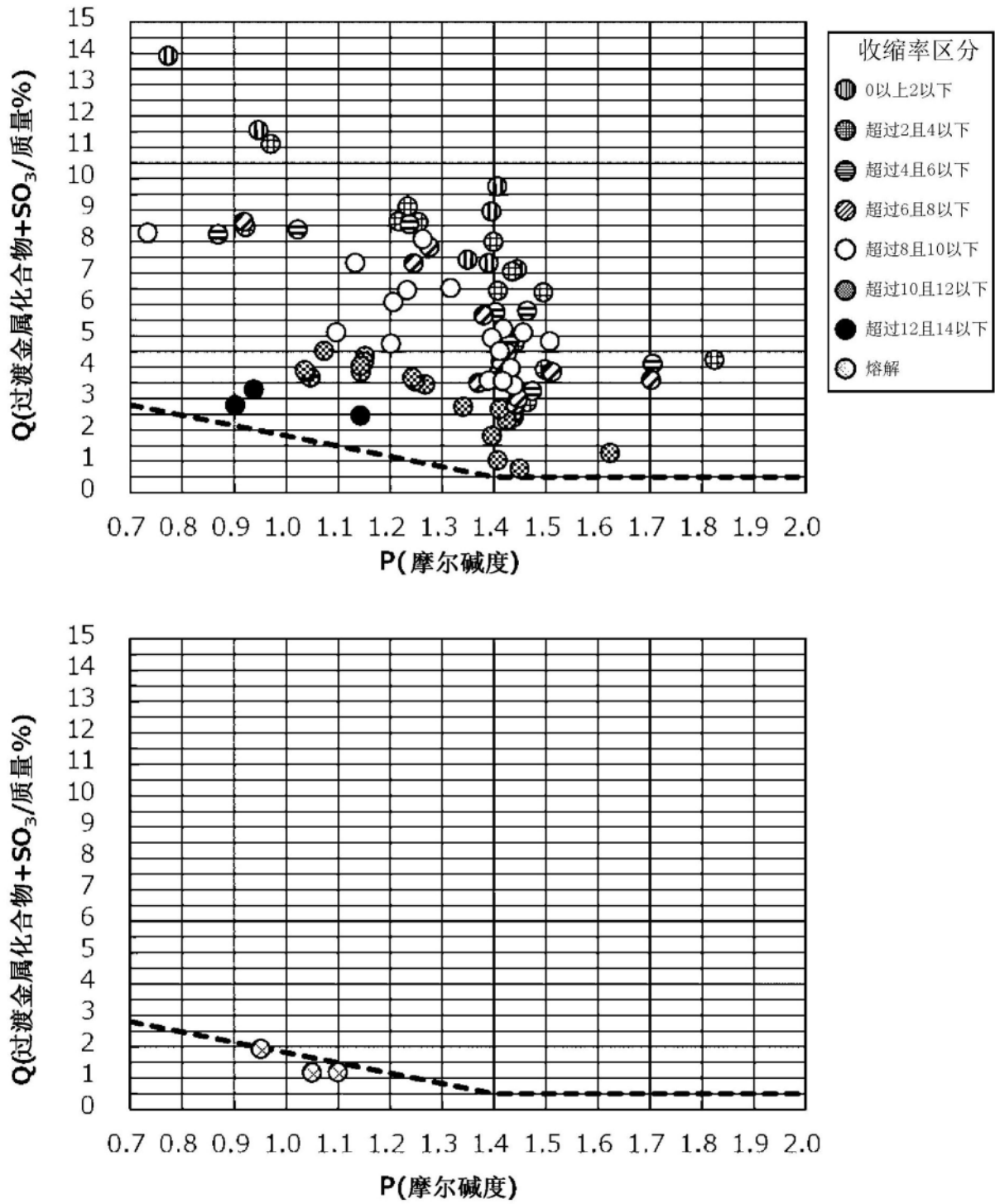


图1

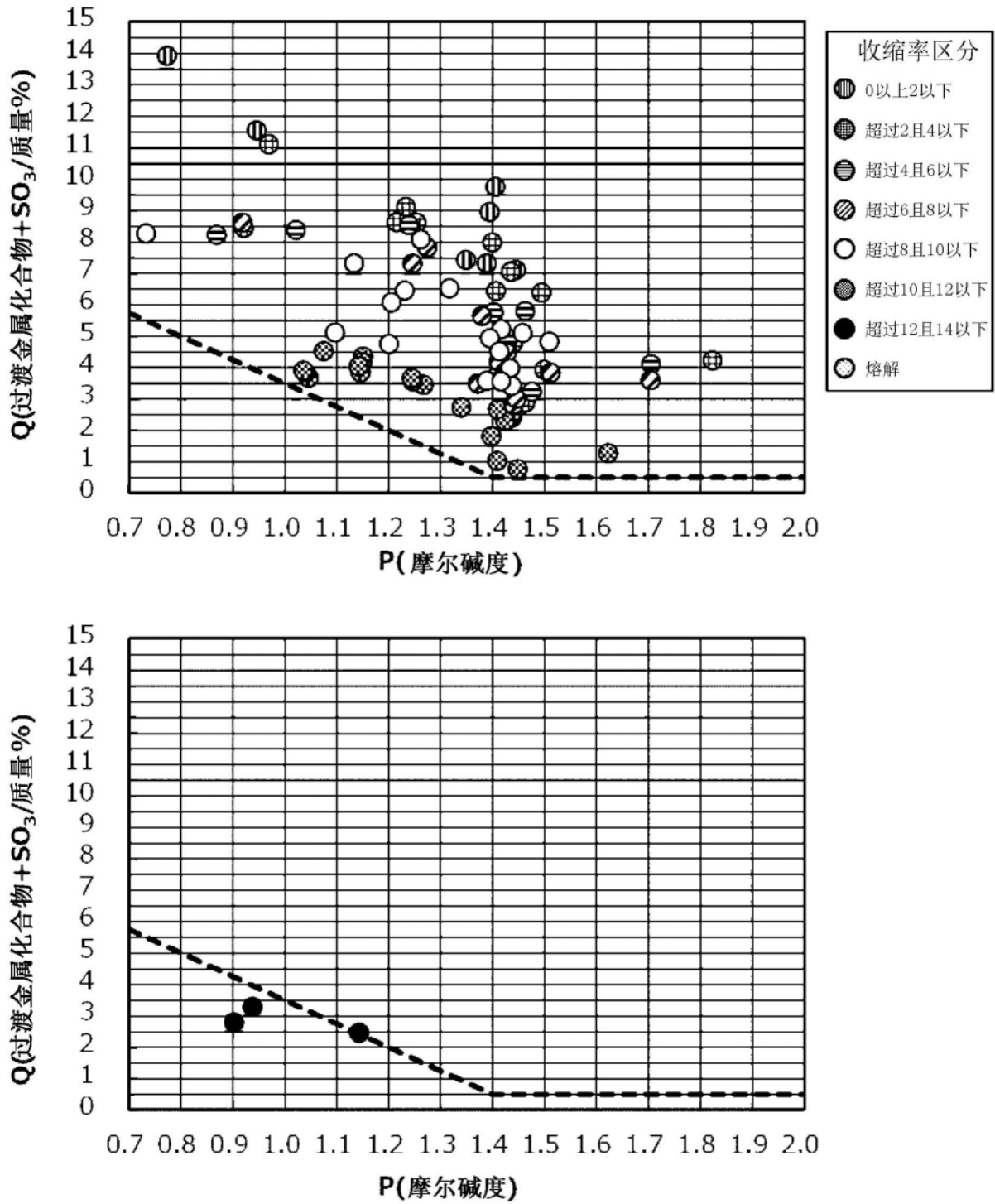


图2

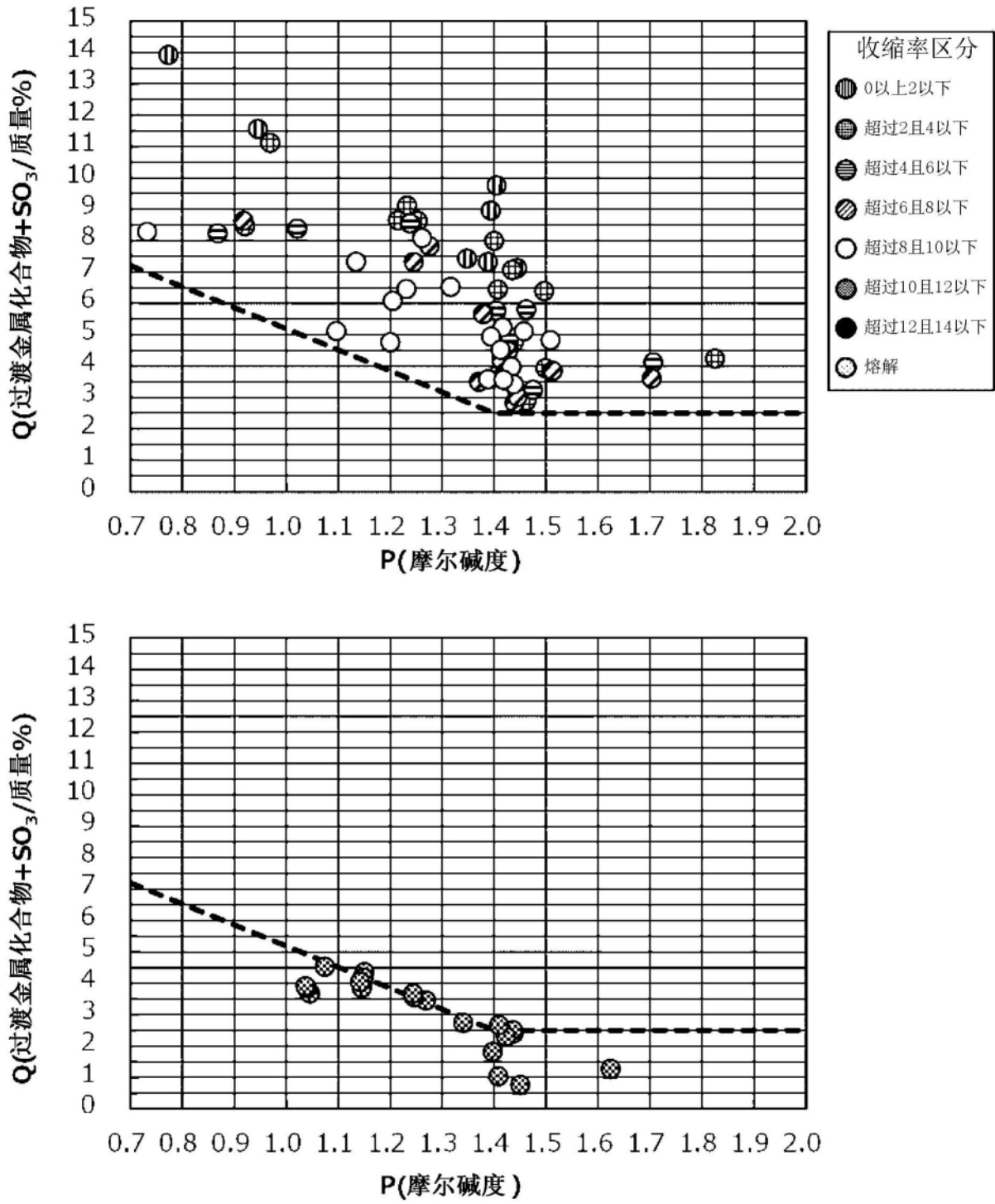


图3

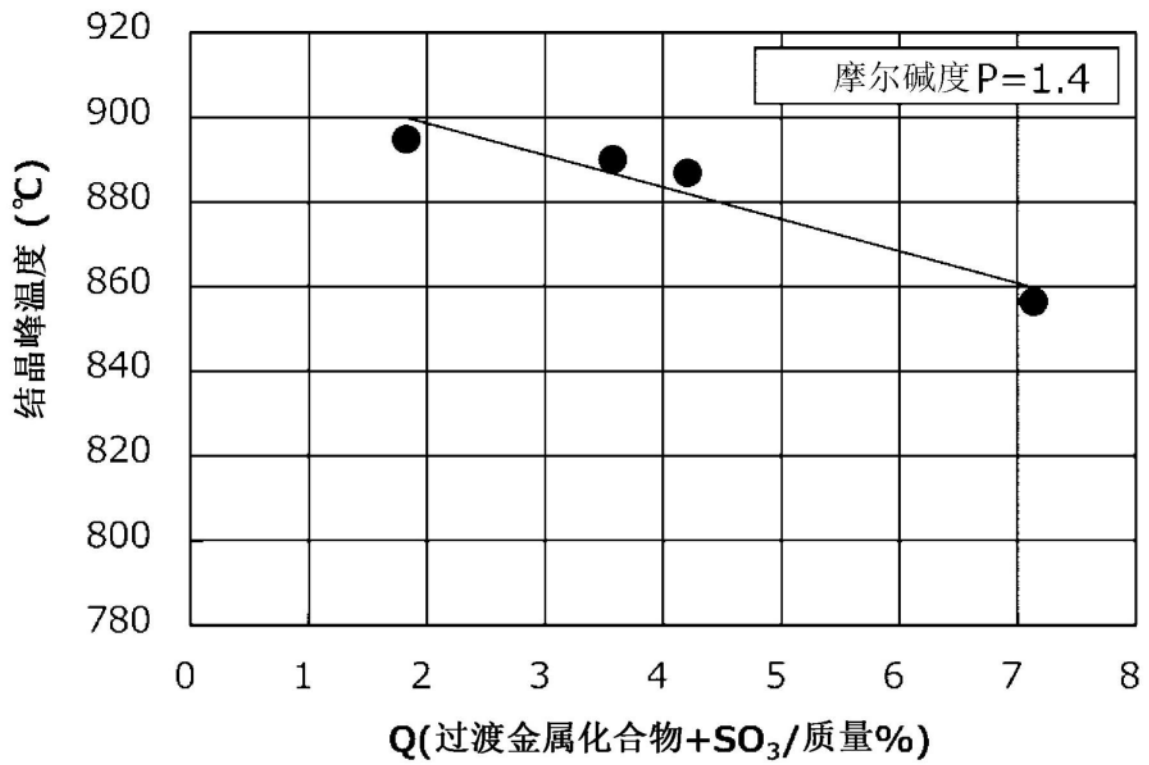


图4

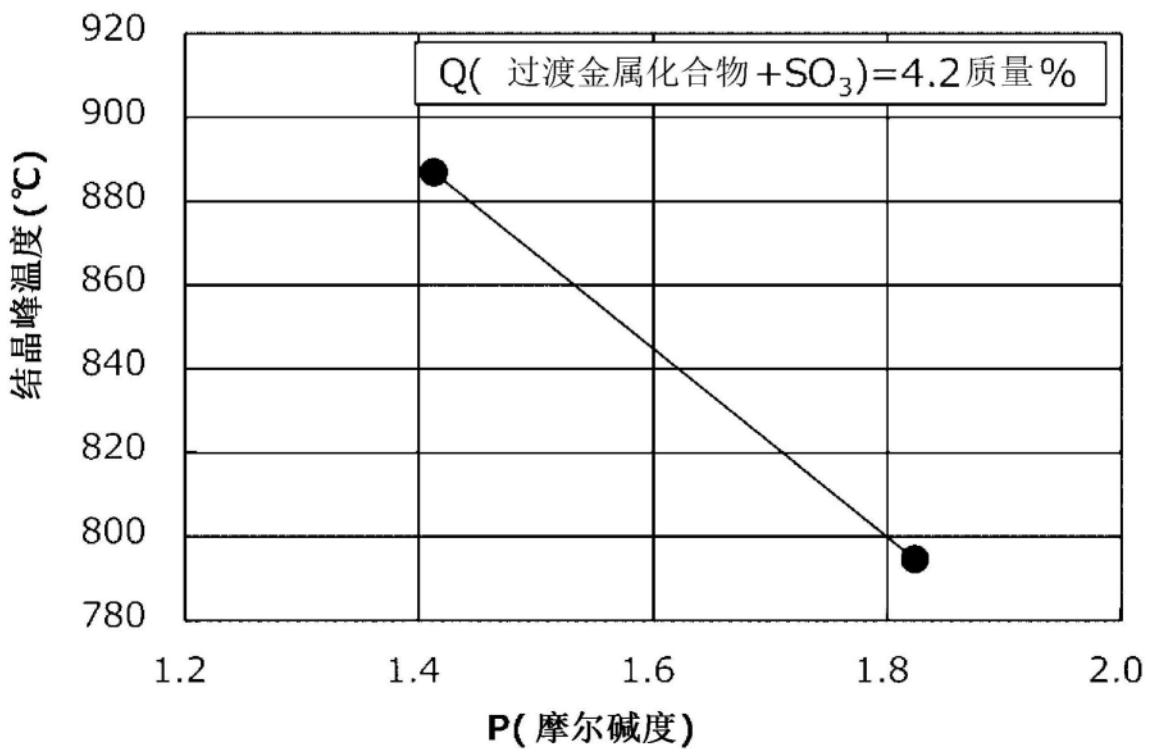


图5

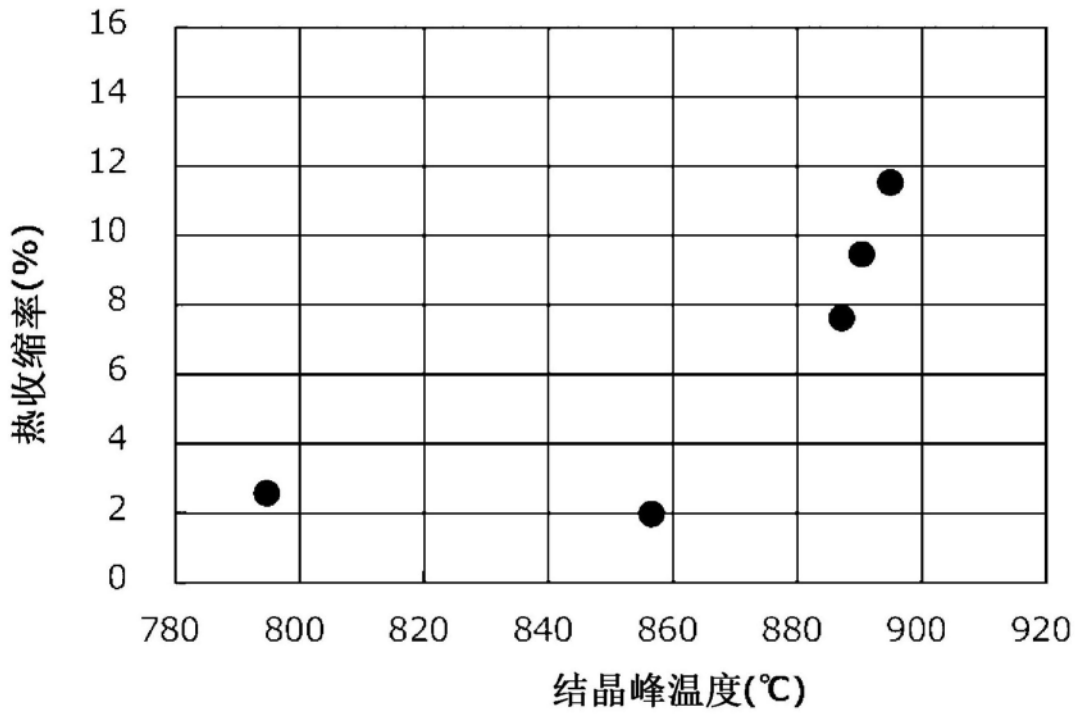


图6

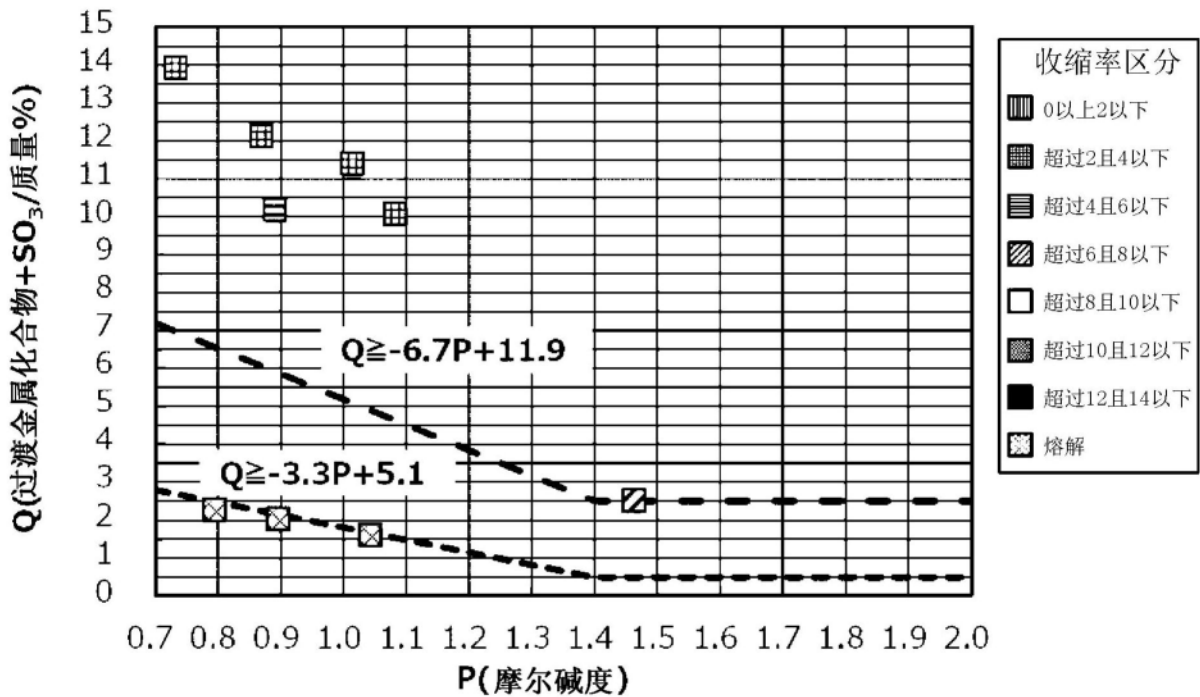


图7