



República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0618434-0 A2**

(22) Data de Depósito: 08/11/2006  
(43) Data da Publicação: 30/08/2011  
(RPI 2121)



(51) *Int.Cl.:*  
C03C 13/00  
C04B 35/624

(54) Título: **FIBRAS RESISTENTES A TEMPERATURA ELEVADA**

(30) Prioridade Unionista: 10/11/2005 GB 0522980.2,  
10/01/2006 US 60/757.586, 10/01/2006 US 60/757.586, 10/11/2005  
GB 0522980.2

(73) Titular(es): The Morgan Crucible Company PLC

(72) Inventor(es): David Hywel Thomas, Ronald Corbett  
Wainwright, Simon Paul Oliver

(74) Procurador(es): NELLIE ANNE DANIEL SHORES

(86) Pedido Internacional: PCT GB2006004182 de 08/11/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/054697 de 18/05/2007

(57) Resumo: FIBRAS RESISTENTES A TEMPERATURA ELEVADA. O isolamento térmico compreende fibras formadas por solução-gel compreendendo 10 a 99% em mo de uma composição de base refratária, e 1 a 90% em mo de um componente selecionado de óxidos de metal alcalino terrosos, áxidos de metal de álcali, e misturas destes, e onde o referido óxidos de metal alcalino terrosos se presente compreendem um ou mais dentre óxido de cálcio, óxido de estrôncio, óxido de bário ou uma mistura destes. A base refratária compreende SiO<sub>2</sub> e AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.



"FIBRAS RESISTENTES A TEMPERATURA ELEVADA"

Campo de Invenção

Esta invenção se refere a fibras resistentes a temperatura elevada formada por um processo de solução-gel. Tais fibras são particularmente, embora não exclusivamente, para uso como materiais isolantes térmicos. A invenção esta também relacionada com o uso de tais fibras em estruturas de suporte para corpos catalisadores em dispositivos de controle da poluição tal como conversores catalíticos de sistemas de exaustão de automóvel e filtros particulados diesel.

Antecedente da Invenção

Os materiais fibrosos são bem conhecidos por seu uso como materiais isolantes térmicos e são também conhecidos pelo seu uso como constituintes de reforço em materiais compostos tal como, por exemplo, cimentos reforçados por fibra, plásticos reforçado por, e como um componente de compostos matriz de metal.

Antes de 1987 havia quatro tipos principias de materiais fibrosos empregados para fabricar produtos de isolamento térmicos [tal como, por exemplo, mantas, moldes formados a vácuo, e másticas]. Estes foram feitos por duas rotas industriais principais, embora os detalhes das rotas particulares variam de acordo com o fabricante. As fibras e rotas foram (a fim de aumenta o custo e desempenho de temperatura):

Fibras Formadas por Fusão

- lãs de vidro
- lãs Minerais

- fibras aluminossilicato

Fibras do Processo de Solução-gel

- então chamadas de fibras de policristalino

Por causa da história de fibras de amiantos, muita  
5 atenção tem sido prestada à potência relativa de uma ampla  
faixa dos tipos de fibra como uma causa de doença pulmonar.  
Os estudos da toxicologia de fibras naturais e artificiais  
levam à idéia que foi a persistência das fibras no pulmão  
que causa problemas. Conseqüentemente, a observação revelou  
10 que se fibras podem ser removidas do pulmão rapidamente en-  
tão qualquer risco a saúde seria minimizado. Os conceitos  
de que as "fibras biopersistentes" e fibras originadas de  
"biopersistência" permanecem durante um longo tempo no corpo  
do animal são consideradas biopersistentes e o tempo relati-  
15 vo que fibras permanecem no corpo do animal é conhecido como  
biopersistência. Embora vários sistemas vítreos sejam co-  
nhecidos por ser solúveis em fluidos pulmonares, resultando  
em baixo biopersistência, houve um problema pelo fato de que  
tais sistemas vítreos não foram geralmente úteis para apli-  
20 cações de temperatura elevada. Uma necessidade do mercado  
foi observada para uma fibra que poderia ter uma baixa bio-  
persistência combinada com uma capacidade de temperatura e-  
levada. Em 1987 Johns Manville desenvolveu tal um sistema  
com base em uma substancia química de silicato de magnésio  
25 de cálcio. Tal material não só teve uma capacidade de tem-  
peratura mais elevada do que lãs de vidro tradicionais, po-  
rém também tem uma solubilidade mais elevada em fluidos cor-  
porais do que as fibras de aluminossilicato principalmente

empregadas para isolamento de temperatura elevada. Tais fibras de biopersistentes baixas foram desenvolvidas desde então, e uma faixa de fibras de silicato alcalino terroso [AES] estão agora no mercado. As Patentes relativas as fibras de AES incluem:

• Pedido de Patente Internacional No. WO87/05007 - o Pedido Johns Manville original - que descreve que fibras compreendendo magnésio, sílica, óxido de cálcio e menor do que 10% em peso de alumina são solúveis em solução salina.

10 As solubilidades das fibras descritas foram em termos de partes por milhões de silício (extraída do material contendo sílica da fibra) presentes em uma solução salina após 5 horas de exposição.

• Pedido de Patente internacional No. WO89/12032

15 descrevem fibras adicionais solúveis em solução salina e descreveu alguns dos constituintes que podem esta presente em tais fibras.

• Pedido de Patente Europeu No. 0399320 descrevem fibras de vidro tendo uma solubilidade fisiológica elevada e tendo 10-20% em mol de  $\text{Na}_2\text{O}$  e 0-5% em mol de  $\text{K}_2\text{O}$ . Embora estas fibras tenham sido mostradas ser fisiologicamente solúvel sua temperatura de uso máxima não foi indicada.

Outras especificações de Patentes descrevem seleção de fibras quanto sua solubilidade salina incluir por exemplo Européia 0412878 e 0459897, Francesa 2662687 e 2662688, WO86/04807, WO90/02713, WO92/09536, WO93/22251, WO93/15028, WO94/15883, WO97/16386, WO2003/059835

WO2003/060016, EP1323687, WO2005/000754, WO2005/000971, e Estados Unidos 5250488.

A refratariedade das fibras descritas nestes vários documentos da técnica anterior varia consideravelmente e para aqueles materiais de silicato alcalino terrosos as propriedades são criticamente dependentes da composição.

Como uma generalidade, é relativamente fácil produzir fibras de silicato alcalino terroso que desempenham bem em baixas temperaturas, uma vez que para uso em temperatura baixa alguém pode fornecer aditivo tal como óxido de boro para garantir boa fibratização e variar as quantidades dos componentes para adaptar propriedades de materiais desejadas. Entretanto, quando alguém procura aumentar a refratariedade das fibras de silicato alcalino terroso, alguém é forçado a reduzir o uso de aditivos uma vez que em geral (embora com exceções) quanto mais componentes estiver presente, mais baixa a refratariedade.

WO93/15028 descreveu fibras compreendendo  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SiO}_2$ , e opcionalmente  $\text{ZrO}_2$  como constituintes principais. Tais fibras AES são também conhecidas como fibras CMS (silicato de magnésio de cálcio) ou CMZS ((silicato de zircônio de magnésio de cálcio). WO93/15028 requereu que as composições empregadas devem ser essencialmente livre de óxidos de metal de álcali. As quantidades de até 0,65% em peso foram mostradas a ser aceitáveis para materiais adequados para uso como isolamento à 1000°C.

WO94/15883 descreveu várias tais fibras utilizáveis como isolamento refratário em temperaturas de até

1260°C ou mais. Como com WO93/15028, esta Patente requereu que o teor de óxido de metal de álcali deve ser mantido baixo, porém indicou que algumas fibras de silicato alcalino terroso puderam tolerar níveis mais elevados de óxido de metal de álcali do que outras. Entretanto, os níveis de 0,3% e 0,4% em de Na<sub>2</sub>O peso foram suspeitados de causar encolhimento aumentado em materiais para uso como isolamento às 1260°C.

WO97/16386 descreveu fibras utilizáveis como isolamento refratário em temperaturas de até 1260°C ou mais. Estas fibras compreendem MgO, SiO<sub>2</sub>, e opcionalmente ZrO<sub>2</sub> como constituintes principais. Estas fibras são declaradas requererem substancialmente nenhum óxido de metal de álcali exceto como impureza de traço (presente em níveis de centésimos de um percentual no máximo calculado como óxido de metal de álcali). As fibras têm uma composição geral

SiO<sub>2</sub> 65-86%

MgO 14-35%

com os componentes MgO e SiO<sub>2</sub> compreendendo pelo menos 82,5% em peso da fibra, o equilíbrio sendo constituintes nomeados e modificadores de viscosidade.

WO2003/059835 descrevem certas fibras de silicato de cálcio nas quais La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ou outros aditivos de lantanídeo são empregados para melhorar a resistência das fibras e manter a feita das fibras. Este Pedido de Patente não menciona níveis de óxido de metal de álcali, porém quantidades na região de ~0,5% em peso foram descritas em fibras pretendidas para uso como isolamento em até 1260°C ou mais.

Tais fibras são feitas da fusão formando-se uma corrente fundida e convertendo a corrente em fibra ou permitindo a corrente contatar um roda de fiar, ou usando-se uma injeção de ar direcionada na corrente. As características de tais fibras formadas por fusão incluem:

- uma vez que as alterações rápidas na temperatura durante o processo de formação resultam em uma alteração rápida de viscosidade, as fibras entram em uma faixa ampla de diâmetros

10           • as fibras têm uma resistência muito menor do que pode ser esperado das propriedades de volume da composição de fibra, os requerentes suspeitam devido à introdução de falhas no processo de formação de fibra

15           • Uma grande quantidade de disparo (material de não fibratizado) é normal para tais materiais - tipicamente >40% em peso compreende disparo - a presença de disparo aumenta a condutividade térmica de materiais de isolamento fibrosos - embora fibra possa ser deshotted isto adiciona a despesa.

20           Também, o escopo de tais fibras de biopersistência baixas é limitado pelo fato de que acima cerca de 1300°C elas tendem a deteriorar em desempenho. Além disso, para algumas aplicações as propriedades mecânicas de tais fibras não são adequadas. Como um exemplo, os veículos modernos  
25           são equipados com dispositivos de controle da poluição tal como conversores catalíticos ou filtros de particulado diesel. Tais dispositivos de controle da poluição tipicamente compreendem uma estrutura cerâmica monolítica tratada (tipi-

camente uma construção alveolar) empregada para purificar os gases de exaustão em temperaturas elevadas e garantir em um armazenamento de metal por um tapete elástico e flexível que é tipicamente formado de fibras inorgânicas. Os gases de exaustão entram em uma extremidade do dispositivo de controle, onde os gases são tratados, e sai pela outra extremidade.

Tais conversores catalíticos exaustão e filtros de particulado diesel requerem fibras que manterão sua resistência compressiva e elasticidade sobre uma ampla faixa de temperaturas. [Por elasticidade, neste contexto, é significada a capacidade de um artigo recuperar sua forma inicial após deformação]. Para suporta as temperaturas elevadas (tipicamente 850°C - 950°C para conversores catalíticos presente) e ciclagem térmica constante encontrada em tais dispositivos requer materiais fibrosos que tem um grau elevado de elasticidade para fornecer um suporte à estrutura catalítica frágil. Em conversores catalíticos presentes o uso de qualquer das fibras de aluminossilicato que foi tratada por calor para fornecer o grau apropriado de elasticidade, ou fibras de mulita e/ou alumina formada por solução-gel. O problema é entretanto que tanto as fibras de aluminossilicato quanto tais fibras formadas por solução-gel têm baixa solubilidade em fluidos corporais de simulated, e são esperados ter biopersistência elevada comparado com fibras AES. Há nenhuma fibra de biopersistência baixa que seja adequada para uso em tais dispositivos de controle da poluição. Isto é com respeito a, uma vez que o grande número de tais disposi-

tivos de controle da poluição e o seu uso muito difundido determina uma grande oportunidade para exposição as fibras.

As fibras de biopersistência baixa alternativas que foram propostas são aluminatos alcalino terroso. Tais  
5 materiais foram sugeridos como aluminato de cálcio (EP0586797) e aluminato de estrôncio (WO96/04214). Tais fibras não são produzidas comercialmente, porém elas são descritas como formadas de uma fusão elas teriam a mesma variabilidade característica em diâmetro de fibra e teor de dis-  
10 paro elevado.

As fibras vítreas tal como fibras de silicato formadas por fusão são submetidas a regulação na Europa, e diferentes classes de fibra têm classificações de perigo diferentes e requerimento de rotulação. As fibras de alumino-  
15 silicato vítreas convencionais requerem rotulação mais rígida com respeito aos perigos a saúde [como então chamado carcinógenos de categoria 2] do que requerem as fibras de silicato alcalino terroso que são exoneradas de classificação carcinógeno. As fibras de policristalina de solução-gel não  
20 são, até agora o objetivo de classificação de perigo na Europa.

As técnicas de processamento de fibra vítrea convencionais empregado para a produção de fibras de silicato alcalino terroso descrita acima requerem conversão das maté-  
25 rias-primas em uma fusão em temperatura elevada homogênea e fibratização subsequente da fusão.

Em processamento de fibra de solução-gel, uma solução é formada de materiais precursores. Os géis fibrosos

são formados das soluções (geralmente em cerca de temperatura ambiente), e então são convertidas para fibras de vidros ou cerâmica aquecendo-se em temperaturas elevadas (por exemplo 700°C a 2000°C). Vários tipos de fibras foram preparados por este tipo de técnica de solução-gel (por exemplo sílica, alumina-silica, zirconia, alumina e titânia).

A formação de solução-gel de fibras tem as vantagens sob a formação por fusão que:-

a) formar por fusão tornando-se progressivamente mais difícil quando a temperatura da fusão aumenta e cristalização descontrolada pode ocorrer

b) quando temperatura de fusão mais elevadas são requeridos torna-se difícil encontrar materiais para o mecanismo que tem uma vida útil razoável nas temperaturas envolvidas

c) técnicas de solução-gel permitem a produção de materiais onde os componentes são insolúveis ou imiscível na fusão.

As fibras formadas por solução-gel tendem um teor de disparo menor (porém não zero) em comparação com as fibras formadas por fusão. As fibras formadas por solução-gel refratárias conhecidas têm uma faixa de composições variando de, por exemplo, fibras de mulita de uma composição  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  até as fibras que são  $\text{Al}_2\text{O}_3$  quase puros. Os exemplos incluem produtos sob os nomes comerciais:

- MAFTEC™ uma fibra produzida por Mitsubishi Chemical Corporation e que compreende ~72% em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e

28% em peso de  $\text{SiO}_2$ , e alegou ter um diâmetro médio na região de  $4\mu\text{m}$ .

• SAFFIL<sup>TM</sup> uma fibra produzida por Saffil Limited e que compreende ~96-97% em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 3-4% em peso de  $\text{SiO}_2$ , com elemento de traço  $< 0,5\%$ , e alegou ter um diâmetro médio na região  $3-4\mu\text{m}$ .

• NEXTEL<sup>TM</sup> uma fibra produzida por 3M e que tem uma faixa de composições de ~62% em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 24% em peso de  $\text{SiO}_2$ , e ~14% em peso de  $\text{B}_2\text{O}_3$  até >99% em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 0,2-0,3 em peso de  $\text{SiO}_2$  e 0,4-0,7% de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . As fibras Nextel são alegadas ter um diâmetro médio típico de  $10-12\mu\text{m}$ .

• FIBERMAX<sup>TM</sup> uma fibra produzida por Toshiba Monofrax e Unifrax Corporation, e que compreende ~72% em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 27% em peso de  $\text{SiO}_2$ , e ~1% em peso de outros componentes incluindo quantidades muito pequenas de  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$  e  $\text{Na}_2\text{O}$  [ $< 0,2\%$  cada], e alegou ter um diâmetro de fibra médio na região de  $2-3,5\mu\text{m}$ .

Todos dos quais contêm várias proporções de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . O grau relativamente elevado de elasticidade de fibras formadas por solução-gel em comparação com fibras de silicato alcalino terroso em temperaturas em excesso de cerca de  $1300^\circ\text{C}$  as tornam idealmente adequadas para conversores catalíticos. Por exemplo, algumas das muitas Patentes descrevendo o uso de tais fibras formadas por solução-gel em conversores catalíticos incluem; US4929429, US5028397, US5032441, US5580532, US5666726, US5811063, US6726884 WO00/75496 e WO2004/064996.

A biopersistência não é o único fator na verificação dos perigos a saúde potenciais de materiais fibrosos. Também de relevância é a quantidade de fibra que é respirável. Se uma fibra não entra no pulmão, ela não pode causar dano ao pulmão. As técnicas de fibra de solução-gel permitem a produção de fibras tendo uma distribuição de diâmetro de fibra relativamente estreita, e o argumento de fabricantes de fibra de solução-gel é que isto permite a redução na proporção de fibras respiráveis de seus materiais. A redução não é a mesma como eliminação entretanto, e a produção de uma fibra de solução-gel que tem propriedades mecânicas e térmicas aceitáveis e que é solúvel em soluções salinas fisiológicas oferecem oportunidade de não somente limitar a quantidade de fibra respirável, porém também garantir que aquela fibra que é respirável tem uma biopersistência reduzida em comparação com fibras de solução-gel convencionais.

O requerente descreveu que é possível produzir fibras formadas por solução-gel que exibam um baixo encolhimento em temperatura elevada, e uma elasticidade elevada em temperatura, e que também tenha a virtude de ter um grau de solubilidade em fluidos corporais que ao mesmo tempo em que não tão elevado quanto às melhores fibras de silicato alcalino terroso, é seja significativamente mais elevado do que a solubilidade de fibras de mulita puras. Há um intercâmbio nestes requerimentos e a presente invenção permite a produção de materiais altamente refratários levemente solúveis em um extremo para materiais muito solúveis razoavelmente refratários no outro com uma faixa de características no meio.

US5019293 descreve métodos para prepara fibras de solução-gel de silicato de alumínio de magnésio nas quais a relação de Mg para Si varia de 0,3:1 a 4:1 e a relação de Mg a Al varia de 0,12:1 a 2:1. O método envolvido compreende a fabricação de uma solução de concentração baixa [ $< 1\%$  de sólidos] empregando peróxido de hidrogênio no processo de formação de solução, concentrando a solução, e formação da fibra por:

- extrusão da solução em uma solução básica
- 10 • extrusão da solução em ar e sobre um substrato revestido
- revestimento de um fio ou filamento com solução
- a secagem das fibras leva de 8 horas a 3 dias e as fibras ficam curtas [1mm a 2cm] e com relações de aspecto de 15 50 a 200 isto envolve espessuras de fibra na faixa 5-400 $\mu$ m. Tais fibras não seriam consideradas como útil para propósitos de isolamento.

JP59082412 descrevem fibras de solução-gel compreendendo  $< 6\%$  em peso de [ $\sim 14\%$  em mol] MgO que são indicadas no resumo como tendo flexibilidade melhorada. Um exemplo 20 comparativo com 10% em peso de [ $\sim 22\%$  em mol] MgO foi indicado como sendo insatisfatório. Nenhuma menção é feita no resumo do uso destas fibras como isolamento térmico.

US3982955 descrevem fibras de solução-gel de alu- 25 mino-silicato compreendendo 0-5% de MgO.

US4010233 descrevem fibras de solução-gel de MgO.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Sumário da Invenção

Conseqüentemente a presente invenção fornece fibras formadas por solução-gel compreendendo isolamento térmico compreendendo 10 a 99% de uma composição de base refratária, e 1 a 90% em mol de um componente selecionado de óxidos de metal alcalino terrosos, óxidos de metal de álcali, e misturas destes e onde os referidos óxidos de metal alcalino terrosos se presente compreende um ou mais dentre óxido de cálcio, óxido de estrôncio, óxido de bário ou uma mistura destes. Isto não impede a presença de óxido de magnésio além daqueles óxidos nomeados, porém a presença de óxido de magnésio é desanimada pelas razões iniciadas abaixo.

Preferivelmente a referida composição de base refratária totaliza mais do que 65% em mol da composição, preferivelmente mais do que 70% em mol da composição, mais preferivelmente mais do que 75% em mol da composição, ainda mais preferivelmente, mais do que 80% em mol da composição.

Preferivelmente a composição de base refratária compreende  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{SiO}_2$ .

Mais preferivelmente  $\text{Al}_2\text{O}_3$  está presente em quantidades de pelo menos 25% em mol.

A invenção também fornece fibras formadas por solução-gel compreendendo em %mol:

- $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{SiO}_2$  em tais quantidades que  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$  esteja na faixa de 50% a 99% (preferivelmente 65% a 95%)
- um ou mais óxidos alcalino terroso e/ou óxidos de metal de álcali compreendendo no total 1% - 50% (preferivelmente 5 a 35%) e no qual onde presente o óxido de metal alcalino terroso compreenda um ou mais dentre óxido de cálcio

cio, óxido de estrôncio, óxido de bário ou uma mistura destes.

A invenção também fornece fibras formadas por solução-gel compreendendo em %mol:

- 5
- $\text{Al}_2\text{O}_3$  >25% em mol
  - e  $\text{SiO}_2$  em tais quantidades que  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 >65\%$
  - um ou mais óxidos alcalino terroso e/ou óxidos de metal de álcali compreendendo no total 5% - 30%.

10 O óxido de metal alcalino terroso preferivelmente é ou compreende óxido de cálcio.

A presente invenção também fornece o óxido de metal de álcali que é um ou mais dentre óxido de lítio, óxido de sódio, óxido de potássio, óxido de rubídio, óxido de cé-  
sio ou uma mistura destes. O óxido de metal de álcali pre-  
15 ferivelmente é ou compreende óxido de potássio.

#### Descrição detalhada

Outras características e aspectos da invenção serão evidentes a partir das reivindicações e da seguinte descrição ilustrativa e levando em consideração os desenhos a-  
20 companhantes nos quais:

Figura 1 é um gráfico de solubilidades em fluidos corporais de uma faixa de fibras incluindo fibras de acordo com a invenção

25 Figura 2 é um gráfico de encolhimento v temperatura para uma faixa de fibras de composição de base mulita modificada por  $\text{MgO}$

Figura 3 é um gráfico de encolhimento v temperatura para uma faixa de fibras de composição de base mulita modificada por CaO

Figura 4 é um gráfico de encolhimento v temperatura para a uma faixa de fibras de composição de base mulita modificada por SrO

Figura 5 é um gráfico de encolhimento v temperatura para uma faixa de fibras de composição de base mulita modificada por CaO e SrO

Figura 6 é um gráfico de encolhimento v temperatura para uma faixa de fibras de composição de base mulita modificada por CaO

Figura 7 é um gráfico indicando a resistência compressiva de mantas formadas de uma faixa de fibras formadas por solução-gel da presente invenção

Figura 8 é um gráfico de encolhimento v temperatura para uma faixa de fibras de composição de base em mulita modificada por CaO e SiO<sub>2</sub>

Figura 9 é um gráfico de solubilidade em uma solução de pH 7,4 v teor de alcalino terroso para uma faixa de fibras

Figura 10 é um gráfico de solubilidade em uma solução de pH 4,5 v teor de alcalino terroso para uma faixa de fibras

As fibras da presente invenção podem ser feitas por processo de produção de solução-gel convencionais conhecido na técnica incluindo extração, sopro, aderência, ou extrusão do líquido através de uma rotação podem ser empregada

na presente invenção. Por exemplo o processo de solução-gel descrito na patente, US4348341 pode ser empregado para produzir fibras formadas por solução-gel da presente invenção. A presente invenção consiste na substancia química da solução e nas fibras resultantes - não no mecanismo específico empregado para formar fibras da solução. Entretanto o uso de métodos rotativos nos quais uma solução é arremessada de um rotor e então jateada por um gás que atua para secar e gelar a solução fornece propriedades controláveis e úteis nas fibras formadas. Os rotores podem simplesmente serem copos com a solução derramando sobre a borda do copo, copos com as beiras cortadas de forma que a solução preferencialmente passe através dos cortes então controlando até certo ponto o diâmetro da fibra, copos ou tambores com perfurações através das quais a solução é arremessada, ou qualquer dos muitos dispositivos rotativos conhecidos.

Para provar o conceito da invenção, várias composições foram feitas formando-se várias composições de aluminosilicato compreendendo aditivos de óxido alcalino terroso ou óxido de metal de álcali. Os precursores empregados foram compostos de uma solução base a qual foram adicionados precursores para os óxidos alcalino terrosos ou óxidos de metal de álcali desejados. As três composições de solução básica foram empregadas, duas referindo-se a uma composição tipo mulita e a outra referindo-se a uma composição tipo alumina.

As substancia químicas de solução base são indicadas na Tabela 1 abaixo;

TABELA 1			
Nome	% em peso na recita		
	Composição tipo mutita	Composição tipo mutila alternada	Composição tipo alumi- na
Solução de cloridrato de alumínio [50% em peso, feito por Reheis, nome comercial 'Chlorohydrol']	40,9	72,2	85,3
cloridrato de alumínio [feita por Reheis - nome comercial 'Micro- dry']	15,4	7,34	8,2
Oxido de polietileno [peso molecu- lar ~ 300.000. feito por Dow Che- mical Company, nome comercial 'Po- liox WSR N750']	0,5	0,58	2,3
Siloxano [25% de produto de sílica feito por Dow Corning - nome co- mercial '193 fluid']	26,6		4,3
Sílica coloidal [40% de sílica coloidal catiônica de produto SiO <sub>2</sub> com um tamanho de partícula de 40nm, feito por Eka Chemicals - nome comercial é 'Bindzil Cat 80']	4,9	19,88	
Água	4,7		
Água de ajuste de viscosidade	Tipicamente ~ 7,0		

O cloridrato de alumínio atua como uma fonte de alumínio.

A solução de siloxano e sílica coloidal catiônica atuam como uma fonte de sílica.

O óxido de polietileno é adicionado como um modificador de viscosidade ao líquido precursor. A viscosidade do precursor líquido necessita ser adequada ao método de fibratização empregado (normalmente entre cerca de 1000 a cerca de 1500 cP às 25°C para o método empregado nos exemplos).

A 'água' na receita de tipo mulita é adicionada antes da adição do siloxano, isto é para fina a solução um pouco, uma vez que o siloxano faz com que a solução engrossar. A água de ajuste de viscosidade é adicionada imediatamente antes da fibratização para garantir que a solução fique na viscosidade correta, há alguma variação na viscosidade de batelada para batelada de modo que os 7,0% mencionados sejam uma figura típica.

A receita de mulita alternativa evita o uso de siloxano.

Os precursores empregados para a preparação da solução de base para a produção da fibra na presente invenção podem ser realizados por outros métodos convencionais conhecidos na técnica. Estes incluem o uso de composto oxo inorgânicos, alcóxidos, e cloreto.

Os óxidos alcalino terroso ou óxidos de metal de álcali empregados para alterar as propriedades das fibras formadas por solução-gel de acordo com a presente invenção foram incluídos adicionando-se sais solúveis no precursor de solução. Estes incluem sais tal como cloreto ou nitrato

[por exemplo tetraidrato de nitrato de cálcio, nitrato de estrôncio, hexaidrato de nitrato de magnésio, cloreto de potássio].

Com quantidades elevadas de óxido alcalino terroso  
5 pode haver problemas com a capacidade higroscópica da solução prevenindo a secagem e formação de fibra. Os teores de óxido alcalino terroso de até 30% em mol foram facilmente feitos com os ingredientes acima porém para teores mais elevados, precursores menos higroscópico alternativos podem ser  
10 requeridos.

O processo empregado experimentalmente envolveu alimentar uma solução líquida sobre um copo raso rapidamente giratório tendo lados inclinados. Nos exemplos dados abaixo da maioria das execuções foi realizada à 10.000rpm. A fi-  
15 bratização foi demonstrada de 3.000rpm até 15.000rpm. Os métodos alternativos bem sucedidos empregado incluem:-

- Um rotor giratório de um designo de copo fechado com series de buracos ao redor da circunferência (tipicamente ~0,5mm de diâmetro), a solução sendo alimentada pela ro-  
20 tação através do eixo.

- Um sistema de sopro de fibra onde a solução é forçada através de orifícios pequenos (tipicamente ~0,3mm) empregando pressão gerada empregando ar comprimido. Ao redor de cada orifício esta um manto de ar para secar e extrai as  
25 fibras.

A solução foi ejetada do beira do copo por força centrífuga, formando correntes finas do material. Quando o material e ejetado deixa o copo ele é passado através de um

corrente de ar quente que secou e gelado a solução para formar uma fibra de não queimada. A temperatura deste ar foi medida empregando um termo-elemento posicionado no fluxo de ar quente exatamente acima do copo giratória. A temperatura de ar empregada para a maioria dos exemplos foi ~60°C. Algumas soluções foram fibratizadas empregando secagem por ar até ~80°C. A temperatura do ar necessita ser selecionada para atender as características de viscosidade e secagem da solução e os aditivos presentes. Tipicamente as temperaturas de 30°C a 150°C pode empregado quando apropriado. Qualquer outro meio adequado para secar a fibra pode ser empregado, por exemplo, circulando-se gás ou ar desumedecido ao redor da fibra.

As fibras foram coletadas em bandeja de forno de alumina e tratadas por calor colocando-se a bandeja em um forno e queimando nos seguintes estágios: 80°C/lhr, 350°C/lhr, 900°C/lhr [exceto onde uma temperatura diferente é indicada abaixo]. Este regime de queima não é crítico para produzir uma fibra e o regime adotado necessita fornece tempo e temperatura suficiente para alcança o objetivo de remover todos os componentes orgânicos e oxidação dos componentes inorgânicos. A temperatura de aquecimento é preferivelmente entre cerca de 700°C e cerca de 2000°C e mais preferivelmente entre cerca de 850°C e cerca de 1500°C. O tempo de aquecimento pode estar em excesso de cerca de 15 minutos e esta tipicamente em excesso de cerca de 1 hora.

Tabela 2													
Número de amostra	Medido (% em peso)						%Mol Calculado						
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	SrO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	SrO	
0125	73,0	27,1		0			61,3%	38,7%					
0135	71,5	27,4		1,2			59,6%	38,7%		1,7%			
0126	69,9	24,6		5,2			57,8%	34,5%		7,7%			
0127	66,9	23,6		9,9			53,6%	32,0%		14,4%			
0128	61,2	20,8		17,9			47,4%	27,4%		25,2%			
0129	56,5	18,2		25,2			42,4%	23,2%		34,3%			
0134	72,7	26,0	1,2				61,5%	37,4%	1,1%				
0130	67,9	27,0	5,0				57,0%	38,5%	4,5%				
0131	64,8	25,2	8,8				55,3%	36,5%	8,2%				
0133	64,1	23,4	10,6				55,6%	34,4%	10,0%				
0132	62,4	24,6	12,2				53,2%	35,6%	11,3%				
0223	72,7	25,6			1,1		61,1%	36,6%			2,3%		
0224	70,0	25,2			5,1		55,7%	34,0%				10,2%	
0225	66,2	22,9			10,3		50,5%	29,6%					19,9%

0274	72,7	26,2	1,2	61,5%	37,6%	1,0%
0275	67,8	26,5	5,7	57,3%	38,0%	4,7%
0276	64,5	25,0	10,4	55,1%	36,2%	8,8%
0277	56,9	22,1	21,1	49,4%	32,6%	18,0%
0278	49,5	18,8	31,0	44,2%	28,5%	27,3%
0448	75	25,1	0,6	62,8%	35,7%	1,1%
0437	70,3	24,6	2,6	58,8%	34,9%	4,1%
0410	65,8	23,8	5,3	54,4%	33,4%	8,0%
0429	58,3	19,2	11,5	47,5%	26,5%	16,7%
0428	49,55	17,13	16,49	39,8%	23,3%	23,9%
0301	95,1	4,1	0,1	93,0%	6,8%	0,2%
0295	94,4	4,0	1,0	91,6%	6,6%	1,8%
0296	90,8	3,7	5,4	85,0%	5,9%	9,1%
0297	87,5	3,0	10,4	78,5%	4,6%	16,9%
0298	82,3	3,7	14,8	71,2%	5,4%	23,3%
0299	74,0	2,7	22,8	61,7%	3,8%	34,5%
0537	56,2	30,7	11,2	43,6%	40,5%	15,9%
0538	50,6	38,2	11,0	37,4%	47,9%	14,7%

0539	44,6	45,2	10,8	31,7%	54,4%	13,9%
0564	88,8	0,2	10,1	82,6%	0,3%	17,0%
0565	99,2	0,3		99,5%	0,5%	
0566	82,4	6,4	10,7	73,2%	9,6%	17,2%
0567	72,0	16,5	10,6	60,3%	23,5%	16,1%

Tabela 3

Número de amostra	Solubilidade estática normalizada (ppm/m <sup>2</sup> /g) - 1100°C							Solubilidade estática normalizada - da - 900°C				
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	SrO	Total	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	Total	
0134							0,0	0,0	0,7	0,0	0,7	
0130							0,0	0,0	2,1	0,0	0,1	
0131							0,1	0,0	3,9	0,0	4,0	
0133							0,5	0,0	9,4	0,0	10,0	
0132							0,3	0,0	13,1	0,0	13,4	
0223	0,0	0,4		0,1		0,6						





A Tabela 2 mostra a faixa de composições testada. A Tabela 3 e Figura 1 mostram as solubilidades estáticas normalizadas em fluidos corporais encontrado para algumas destas composições. As solubilidades foram medidas ou em 5 fibras que foram queimadas às 900°C, ou foram re-queimadas a 1100°C como indicado. Os diâmetros de fibra típicos para estas fibras variaram de acordo com a velocidade de rotor, com fibras tendo um diâmetro médio geométrico pesado de comprimento  $\sim 3,4\mu\text{m}$  a uma velocidade de rotor 10.000rpm a  $\sim 4,7\mu\text{m}$  10 a uma 5,000rpm velocidade de rotor. A velocidade de rotor desse modo determina um media de diâmetros de fibra de corte com diâmetro de fibra sendo inversamente relacionado a velocidade do rotor. As fibras produzidas para estes exemplos tiveram uma faixa de comprimentos de fibra com fibras típicas 15 cas tendo comprimentos na faixa  $200\mu\text{m}$  a 5cm, determinando uma relação de aspecto típica na faixa de  $\sim 40:1$  a  $\sim 10.000:1$ . Os requerentes estão confiantes que otimização de parâmetros permitirá a fabricação consistente de fibras tendo comprimentos  $>1$  cm.

20 A solubilidade estática normalizada foi obtida medindo-se a quantidade de dissolução das fibras em uma solução salina fisiológica mantida em temperatura corporal [ $37^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ ] durante um período de 24 horas e dividindo os componentes dissolvidos na solução salina pela área de superfície 25 total das fibras.

Um procedimento detalhado para medir solubilidade compreende pesar  $0,500\text{g} \pm 0,003\text{g}$  de fibra em um tubo centrifugo empregando pinças de plástico. A fibra é normalmente

cortada (malha de arame No 6) e deshotted (peneirada mão com arame No 10), porém pode ser carga ou manta se somente pequenas quantidades de fibra estiverem disponíveis. Cada amostra é pesada em duplicata. 25cm<sup>3</sup> de fluido corporal simulado são derramados em cada tubo centrífugo empregando o distribuído graduado e os tubos selados. O fluido corporal simulado é somente adicionado à fibra no início do teste.

Uma solução de fluxo corporal simulado de pH ~7,4 é tipicamente feita por:

10           • lavar de um recipiente de 4 litros com água destilada fresca.

              • adicionar 2 litros de água destilada às ~25°C ao recipiente e adição dos seguintes reagentes na ordem. (Pesos exatos para ± 0,001g)

15	Reagente	Peso
	Cloreto de sódio (NaCl)	27,120g
	Carbonato de Hidrogênio de sódio (NaHCO <sub>3</sub> )	9,072g
	Cloreto de Amônio (NH <sub>4</sub> Cl)	2,140g
	Diidrato de Citrato de sódio (Na <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub> .2H <sub>2</sub> O)	0,236g
20	Glicina (H <sub>2</sub> NCH <sub>2</sub> CO <sub>2</sub> H)	1,800g
	Ortofosfato de Hidrogênio de Di-sódio de Anidroso (Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> )	0,684g
	Ácido sulfúrico de (solução de 10w/w)	1,960g
	Formaldeído	10ml

25           • preparação de 4 litros com água destilada e deixando durante 24hrs antes do uso

              • verificação do pH da solução antes do uso e somente usar se dentro da faixa [pH deve ler 7,4-7,5].

Uma solução de fluxo corporal simulada de pH ~4,5 compreende os seguintes ingredientes em 10 litros de água.

	Reagente	Peso
	NaHCO <sub>3</sub>	19,5g
5	CaCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	0,29g
	Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	1,48g
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,79g
	MgCl <sub>2</sub> .OH <sub>2</sub> O	2,12
	Glicina (H <sub>2</sub> NCH <sub>2</sub> CO <sub>2</sub> H)	1,18g
10	Na <sub>3</sub> citrato.2H <sub>2</sub> O	1,52g
	Na <sub>3</sub> tartrato.2H <sub>2</sub> O	1,8g
	Na piruvato	1,72g
	90% de ácido láctico	1,56g
	Formaldeído	15ml
15	HCl	~7,5ml

Com o HCl adicionado lentamente, quando isto for uma figura próxima para ajuste de pH para uma figura final de ~4,5pH.

Todos os reagentes empregados são de Analar ou grau equivalente e o procedimento é realizado empregando equipamento plástico uma vez que a lixiviação de sílica pode ocorrer de artigos de vidro.

Os tubos de centrifugo são então colocados em um banho de água de agitação, que é mantido às 37°C ± 1°C (temperatura corporal) e agitado durante 24hrs.

Após a agitação as duas soluções para cada fibra são decantadas e filtradas através de Whatman, 110mm de diâmetro. Papeis de ashless filtro 40 em uma garrafa de 50ml.

A solução é então submetida para Espectroscopia de Emissão Atômica de Protoplasma Indutivamente Acoplado (ICP). Os óxidos testados dependerão da composição da fibra sendo testada. Os resultados são relatados como ppm do óxido relevante.

A área de superfície específica é medida empregando um analisador de área de superfície Micromeritics Tristar pelo método BET que é com base na propriedade de um sólido para absorver moléculas de gás em sua superfície. Na faixa, 10 0,5 a 0,3 vezes a pressão de vapor saturado da medição da adsorção de multi-camada de gás começa. A formação da primeira monocamada pode ser detectada a partir do comportamento da isotérmica de adsorção nesta faixa.

O volume de gás absorvido é medido em pressões definidas e a equação Brunneur, Emmett e Teller equation (BET) é empregado para calcular a área de superfície. Para obter resultados mais reproduzíveis as fibras ficaram expostas ao calor a uma temperatura pelo menos 50°C abaixo da qual qualquer perda de peso do material ou alteração morfológica ocorre. Tipicamente para as fibras da invenção muitas temperaturas são empregadas [por exemplo 350°C] uma vez que o propósito é remove qualquer gases absorvido ou líquido da superfície da amostra.

Como pode ser visto na Tabela 3 e Figura. 1, tanto 25 as fibras tipo mulita não modificadas e alumina não modificada tiveram efetivamente solubilidade zero, porém quando a quantidade de óxido de metal de álcali ou óxido alcalino terroso foi aumentada - então a solubilidade também aumen-

tou. Para a mulita modificada com CaO e queimada às 1100°C a solubilidade aumentada a um máximo a cerca de 25% em mol e um padrão similar foi mostrado por composições compreendendo uma mistura de CaO e SrO. A mistura de CaO e SrO a um nível  
5 de ~25% em mol produziu a solubilidade mais elevada.

A solubilidade depende do curso ambiente dentro da qual a fibra se encontra. Embora a solução salina fisiológica presente no fluxo de pulmão intercelular se aproximadamente daquela determinada acima, e tenha um pH de ~pH 7,4, o  
10 mecanismo para purificar as fibras envolver sua ligação aos macrófago. Sabe-se que o pH da salina fisiológica presente onde os macrófago contatam fibras é significativamente menor (~pH 4,5) e isto tem um efeito na solubilidade de fibras inorgânicas [veja "*in-vitro dissolution rate of  
15 mineral fibres at pH 4,5 and 7,4 - A new mathematical tool to evaluate the dependency on composition*" Torben Knudsen e Marianne Guldborg, Glass Sci. Technol. 78(205) No.3]. Considerando que em pH 7,4 o efeito alumina em é para diminuir solubilidade, em pH 4,5 é o contrário. Conseqüentemente, os  
20 requerentes produziram alguns contendo fibras CaO com base nas múltiplas substâncias química de mulita que foi queimada às 1100°C [uma temperatura de queima de faixa "comercial" aponta na produção de fibras cristalinas] e comparadas estas com fibras Saffi® e Maftec® comerciais quanto a solubilidade em pH 7,4 e 4,5. Os resultados estão na Tabela 4 abaixo  
25 e mostra que as fibras da invenção têm solubilidade muita mais elevada do que as fibras comerciais em ambos pH baixo e neutro.

Tabela 4		
Composição	Solubilidade estática normalizada (ppm/m <sup>2</sup> /g)	
	pH 7,4	pH 4,5
46% em mol Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /29,4% em mol SiO <sub>2</sub> /24,6% em mol CaO	53,89	168,62
42,4% em mol Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /23,2% em mol SiO <sub>2</sub> /34,4% em mol CaO	39,28	118,13
Saffil® LD mat	1,67	3,80
Maftec® Autowrap	1,62	1,47
Maftec® Blanket	0,99	2,46

Pode ser visto a partir da Figura 1 que as composições incluindo MgO como um aditivo mostrara um aumento menor na solubilidade. O requerente conduziu testes de solubilidade comparativo em materiais como apresentado na Tabela 5 6 para determinar o efeito de adicional alcalino terroso misturada empregando MgO como um dos componentes alcalino terrosos. As composições 1264 e 1263 se referem respectivamente a um exemplo à composição do Exemplo 8 da US 3982955 como queimado às 1400°C sob nitrogênio naquela Patente, e a 10 mesma composição quando queimada durante quatro horas em ar às 900°C. Estas composições foram feitas dos materiais de partida:

15 solução 50% de cloridrato de Alumínio 16960g  
 Pó de Cloridrato de Alumínio 1072g  
 Siloxano 2808g  
 Hexaidrato de nitrato de Magnésio 160g  
 Poliox N750 120g

Os exemplos restantes foram queimados em ar durante 1 hora a 1100°C. Os resultados da solubilidade são apresentados na Tabela 7 e nas Figuras 9 e 10 que mostram, respectivamente, solubilidades em solução de pH 7,4 e solução de pH 4,5.

É facilmente evidente que a solubilidade de materiais contendo óxido de magnésio [composições 1113 e abaixo] são significativamente abaixo daquela que não contém óxido de magnésio porém outros óxidos de metal alcalino terrosos. Os exemplos comparativos 1263 e 1264 mostrados solubilidade extremamente baixa. Figura 9 mostra que pH 7,4 a única amostra contendo magnésio que tem uma solubilidade comparável aos materiais contendo CaO e/ou SrO sozinho é aquela compreendendo CaO, SrO, e MgO. Figura 10 mostra que na solução de pH 4,5 das solubilidades são consideráveis mais elevadas que na solução de pH 7,4, e que nenhum dos materiais contendo magnésio tendo uma solubilidade se aproximado daquela dos materiais livres de magnésio.

Número de amostra	Medido (% em peso)					% em mol Calculado				
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	SrO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	SrO
0605	67,8	12,8	20,3			53,6	17,2	29,2		
0659	61,1	22,6	16,5			47,2	29,6	23,2		
0708	60,8	22,0	8,6		8,1	50,0	30,7	12,8		6,5
0709	62,3	22,5	7,6		7,8	51,0	31,4	11,3		6,3
0710	62,2	23,8	14,0			48,6	31,5	19,9		

0711	58,8	21,1	9,7	9,7	48,3	29,4	14,5	7,8
0741	60,4	21,1	19,5		45,9	27,2	26,9	
0770	56,8	22,0	11,0	11,2	45,4	29,9	15,9	8,8
0783	56,8	22,0	11,0	11,2	45,4	29,8	16,0	8,8
0935	61,3	22,2	15,7		48,1	29,6	22,3	
0936	59,9	20,6	19,6		45,9	26,8	27,3	
0937	58,3	19,7	21,1		44,8	25,7	29,5	
0974	58,2	19,4	18,0	3,6	45,7	25,8	25,7	2,8
0975	57,2	20,5	15,4	7,0	45,1	27,4	22,1	5,4
0976	56,3	18,8	13,6	10,8	45,6	25,9	19,9	8,6
1057	58,0	24,6	16,8		44,6	32,0	23,5	
1058	59,6	22,6	17,7		45,8	29,4	24,7	
1059	57,7	22,0	20,1		43,9	28,4	27,7	
1113	62,0	24,2	7,4	7,2	46,0	30,5	10,0	13,5
1114	57,4	23,0	10,1	9,6	41,3	28,1	13,1	17,5
1115	54,4	21,8	12,7	12,1	37,5	25,5	15,9	21,1
1166	58,9	21,7	18,9		41,0	25,7	33,3	
1167	58,8	21,6	19,0		40,9	25,5	33,5	
1168	58,8	22,1	9,4	9,5	45,4	28,9	18,4	7,2
1169	58,3	21,8	6,4	6,4	45,0	28,5	9,0	12,5
1263	87,3	10,2	0,5		82,5	16,4	1,1	
1264	87,3	10,2	0,5		82,5	16,4	1,1	

Desse modo aparece que ao mesmo tempo em que as quantidades menores de MgO podem ser toleradas melhores resultados são obtidos quando a quantidade de MgO é pequena, abaixo de 50%, mais preferivelmente abaixo de 25%, e ainda mais preferivelmente abaixo de 10% da quantidade do óxido alcalino terroso presente. Os materiais contendo MgO todos aparecem conter

MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (espinélio) e isto pode causar a baixa solubilidade mostrada.

Tabela 7										
Número de amostra	Solubilidade de medida em pH ~7,4 (ppm)/área de superfície (m <sup>2</sup> /g)					Solubilidade de medida em pH ~4,5 (ppm)/área de superfície (m <sup>2</sup> /g)				
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	SrO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	SrO
0605	0,9	5,7	16,7			Não medido				
0659	0,9	4,8	10,5			Não medido				
0708	0,1	5,7	4,5		2,1	22,8	19,3			11,2
0709	0,0	4,7	6,1		3,2	24,0	108,3			12,1
0710	0,0	4,3	7,0		0,0	27,8	30,4			0,2
0711	0,0	5,4	9,0		3,2	51,5	41,2			23,1
0741	0,2	5,9	10,9			98,1	65,3			0,0
0770	0,7	3,3	4,9		3,0	Não medido				
0935	0,3	2,2	2,9		0,0	Não medido				
0936	11,6	3,4	6,9		0,0	Não medido				
0937	2,1	3,9	9,0		0,0	Não medido				
0974	6,6	6,6	13,3		1,8	Não medido				
0975	7,0	6,8	14,2		3,9	Não medido				
0976	6,3	5,7	12,3		5,7	Não medido				
1057	3,6	3,8	8,1			Não medido				
1058	9,5	9,7	13,9			Não medido				
1059	9,3	8,2	16,6			138,8	109,4	117,4		

1113	0,1	0,2	0,7	0,3		1,3	0,9	1,0	0,3	
1114	0,2	0,2	1,9	0,1		3,1	3,2	6,5	0,2	
1115	0,3	0,9	2,0	0,1		5,8	7,6	9,3	0,5	
1166	0,0	0,4		0,5		1,0	1,2		1,0	
1167	0,0	0,3		0,5		0,7	0,9		1,0	
1168	0,0	0,2		0,2	0,7	0,3	0,4		0,3	3,0
1169	0,7	1,1	3,7	3,7	1,7	0,7	1,5	5,2	0,0	2,6
1263	Não medido					0,1	0,2		0,2	
1264	0,1	0,3	0,0	0,2	0,0	2,0	1,5		0,9	

Ao mesmo tempo em que as solubilidades estáticas são somente indicativos de biopersistência, estes resultados são suporte forte pela premissa que se inalada as fibras da invenção não deve persistir tanto quanto as fibras mulita e alumina comerciais.

As propriedades refratárias de algumas das fibras da Tabela 2, queimada às 900°C, foram examinados expondo-se sucessivamente as fibras as temperaturas de intervalos de 100°C de 1100°C a 1500°C, e estes são indicados na Tabela 5 e nas Figuras 2 a 6 e 8.

Número de amostra	Encolhimento Cumulativo após 1 hora a				
	1100°C	1200°C	1300°C	1400°C	1500°C
0125	10,1	11,7	12,3	14,4	15,5
0135	12,1	12,4	12,8	12,8	11,8
0126	14,6	14,5	14,2	13,9	14,7
0127	4,8	4,7	4,7	4,7	4,6

0128	1,7	2,0	2,3	10,4	54,7
0223	11,9	12,9	13,1	13,1	12,6
0224	5,6	6,2	6,5	6,6	8,7
0225	-0,2	0,7	0,8	1,7	5,0
0274	13,0	13,1	14,7	15,3	15,6
0275	12,9	12,3	12,6	12,6	12,4
0276	12,8	12,3	12,1	11,3	11,8
0277	2,1	2,3	2,9	3,1	3,1
0278	6,8	7,4	7,4	7,1	7,5
0448	9,5	9,9	9,8	10,0	10,2
0437	13,7	13,4	13,4	12,9	12,1
0410	4,6	4,7	4,5	4,6	4,6
0429	1,2	1,8	1,8	9,4	41,1
0301	1,5	1,4	4,8	13,0	13,7
0295	1,0	4,2	10,2	10,5	11,3
0296	2,1	6,6	7,5	6,5	11,2
0297	4,7	5,8	6,0	5,6	9,0
0298	4,3	4,0	3,7	5,7	12,3
0299	1,6	1,7	2,1	3,0	10,5
0537	1,1	1,1	1,0	0,9	0,7
0538	2,1	2,0	2,0	2,0	2,9
0539	5,2	5,2	5,2	5,0	31,4
0564	1,4	2,5	4,1	6,0	6,9
0565	1,6	2,0	2,6	2,9	4,4
0566	1,5	3,0	3,2	6,4	38,2
0567	3,8	6,6	7,0	9,3	23,7

[Os testes adicionais de algumas fibras durante 24 horas de encolhimento a nestas temperaturas não revelaram nenhuma diferença significativa destes testes de 1 hora].

Figura 2 mostra o efeito de adição de MgO ao uma  
5 composição de mulita de base. Como pode ser visto na Tabela 5 e Figura. 2, em quantidades pequenas MgO têm efeito relativamente pequeno no encolhimento em comparação com uma fibra com base em mulita não modificada, porém em quantidades mais elevadas mostram um encolhimento menor, e mais impor-  
10 tantemente um declive menor no encolhimento. Isto é indicativo que uma temperatura de queima de 900°C é tão baixa para tais materiais e uma temperatura de queima mais elevada (por exemplo 1000°C-1100°C) pode ser requerida na produção. Para teores de MgO mais elevados o encolhimento é significativa-  
15 mente menor do que para o material não modificado, porém mostra sinais de aumentar às 1500°C.

Na Figura 3, o efeito da adição de CaO em uma composição com base em mulita é mostrado. Ao mesmo tempo em que os níveis aditivos menor não aparecem que diferem daqueles mostrados por MgO como um aditivo a adição elevada de  
20 ~25% em mol mostra um crescimento muito elevado em encolhimento às 1400°C. A fibra com 14,4% em mol de CaO têm um encolhimento efetivamente uniforme de 1000°C a 1500°C.

Na Figura 4, o efeito da adição de SrO em uma composição com base em mulita é mostrado. Um quadro similar se aplica porém ao SrO que parece estar suprimindo o aumento no encolhimento às 1500°C para as fibras de adição elevadas.

Na Figura 5, o efeito de adição de CaO e SrO combinados em uma composição com base em mulita é mostrado e indicada que a mistura de óxidos alcalino terrosos não é danosa a encolhimento porém novamente mostra que os níveis elevados [ $> \sim 25\%$  em mol] mostra um crescimento muito elevado em encolhimento às  $1400^{\circ}\text{C}$ . As fibras tendo tais adições de óxido alcalino terroso elevadas podem ainda ser de uso em temperaturas baixas em vista de sua solubilidade elevada.

Na Figura 6, o efeito da adição de CaO em uma composição com base em alumina é mostrado. Como pode ser visto o efeito é misturado, porém em temperaturas de  $1400^{\circ}\text{C}$  ou acima os encolhimentos menores são mostrados e a um declive menor de encolhimento acima de  $1100^{\circ}\text{C}$  indicando que uma temperatura de queima mais elevada para a fibra pode fornecer propriedades de encolhimento superiores a uma fibra de alumina não modificada.

Na Figura 8 o efeito de adição de  $\text{SiO}_2$  a um material compreendendo quantidades aproximadamente constantes de CaO [ $13,9\%$  em mol a  $15,9\%$  em mol] é ilustrado. Como pode ser visto as fibras mostram o encolhimento relativamente uniforme de  $1100^{\circ}\text{C}$  a  $1500^{\circ}\text{C}$  exceto para fibra de teor de sílica mais elevada [ $54,4\%$  em mol sílica - composição 539 acima] que mostra um aumento em encolhimento acima  $1400^{\circ}\text{C}$ . Para esta faixa limitada de teores de CaO, os teores de sílica abaixo de  $50\%$  em mol aparecem ser preferível para aplicações nas quais temperaturas acima de  $1400^{\circ}\text{C}$  podem ser experimentadas.

Ao mesmo tempo em que os exemplos acima foram com base em um tratamento de temperatura de 900°C, a fibra produzida é grande amorfa e produzir fibras predominantemente cristalinas os tratamentos de temperatura mais elevada quem  
5 que prováveis requeridos, por exemplo 1000°C a 1250°C, preferivelmente acima de 1100°C.

O encolhimento não é a única propriedade mecânica que é importante para fibras empregadas para isolamento térmico e particularmente para estruturas de suporte para dispositivos de controle da poluição. Também de importância é  
10 resistência compressiva do isolamento ou estrutura de suporte. Os requerentes testam isto pelo método descrito abaixo com a intenção de dar uma indicação no desempenho de compressão quente esperado de fibras em um dispositivo de controle da poluição tal como uma aplicação de mata de suporte  
15 conversor catalítico.

Em detalhes a densidade (g/cm) da fibra a ser testada é medida empregando picnômetra de hélio e o teor de disparo (%) da fibra a ser testado é medido empregando uma  
20 Peneira de Jato com uma peneira de 53 microns como a peneira menor.

A quantidade de fibra a ser empregado em cada amostra é calculada para produzir um volume equivalente de fibra a uma fibra de solução-gel comercial típica a  
25 0,3g/cm<sup>3</sup>.

Uma pré-forma formado à vácuo é então preparada por:-

- pesagem a quantidade apropriada calculada de fibra seca para uma amostra em um béquer

- adição de ~600ml de solução de amido ao béquer

- mistura por espátula para remover blocos

5           • derramamento da fibra e amido em um molde de vácuo quadrado de 75mm empregando uma malha fina no molde

- agitação suavemente com uma espátula para garantir a distribuição de fibra no molde uniforme.

- aplicação de um vácuo ao lado inferior da malha

10           • desmontagem do molde e impulsionando a amostra sobre papel Teflon em uma bandeja secagem

- secagem durante a noite às 110°C.

a almofada é então grampeado entre duas placas de aço imaculado em 5mm empregando espaçadores. A almofada grampeada é então exposta a 900°C durante 4 horas empregando uma taxa de elevação de 100°C/hr para obter aquela temperatura. Após a exposição a temperatura a almofada é removida e testada em um máquina Instron® empregando o método de elasticidade de compressão que a força exigiu para manter a compressão da amostra de teste às 5mm após um controle de 5 minutos em 5mm

15

20

Um plote da resistência compressiva de almofadas formadas à vácuo compreendida fibras tendo concentração variada de óxido de cálcio e óxido de estrôncio e tratadas por calor a 1100°C para produzir cristalinidade é mostrado na Figura 7. Isto mostra que quantidades crescentes de óxido de cálcio nos materiais fibrosos resultam em um aumento na resistência compressiva e efetivamente dobrada resistência

25

em níveis ~20% em peso de adição de CaO. A adição de SrO também aumenta a resistência compressiva porém a adição mais elevada mostrou uma diminuição na resistência. Os requerentes hipotéticos que isto pode ser devido a reação com as  
 5 placas de aço imaculados empregados, uma vez que foi um amarelado da fibra. Uma resistência compressiva típica geralmente requerida para uso em conversores catalíticos de sistemas de exaustão esta em excesso de 40kPa, preferivelmente de 50kPa.

10 A composição com os "melhores" resultados considerados como um compromisso entre solubilidade, encolhimento, friabilidade e falta de reatividade com outras fibras, foi uma composição de uma composição de aproximadamente muita de com adição de cerca de 20% em peso CaO feito da receita:

15

Componente	% em
------------	------

peso	
------	--

solução de cloridrato de Alumínio [50% em peso, feito	
-------------------------------------------------------	--

20

por Reheis, nome comercial 'Cloridrol'].	
------------------------------------------	--

44,42%	
--------	--

Cloridrato de Alumínio [feito por Reheis -	
--------------------------------------------	--

nome comercial	Microdry]
----------------	-----------

16,73%	
--------	--

25

Óxido de Polietileno [peso molecular ~300.000, feito por Dow Chemical Company,	
--------------------------------------------------------------------------------	--

nome comercial	'Poliox WSR N750']
----------------	--------------------

0,56%	
-------	--

Siloxano [25% de produto de sílica feito por  
Dow Corning - nome comercial '193 fluid']  
28,89%

sílica Coloidal catiônica [de 40% de produto de  
5 SiO<sub>2</sub> com um tamanho de partícula 40nm, feito por Eka Chemi-  
cals -

nome comercial é 'Cat Bindzil 80']  
5,32%

Água  
10 4,07%

Tetraidrato de Nitrato de Cálcio  
29,00%.

Os resultados indicados acima são aqueles de um  
programa experimental e as condições empregadas em fabrica-  
15 ção, e as propriedades das fibras de resultante, podem dife-  
rir significativamente daqueles indicados. Entretanto o  
princípio geral que uso de óxidos alcalino terrosos e óxidos  
de metal de álcali em fibras de solução-gel melhora a solu-  
bilidade em soluções salinas fisiológicas indicativo de um  
20 biopersistência reduzida demonstrado. Os requerentes também  
mostram que tais adições podem ter efeitos positivos nas  
propriedades térmicas e mecânicas de tais fibras de solução-  
gel dependendo da quantidade adicionada. A invenção portan-  
to contempla uma faixa de fibras, algumas tendo grandes  
25 quantidades de aditivos para determina a solubilidade eleva-  
da ao mesmo tempo em que tendo propriedades aceitáveis em  
temperaturas de faixa baixa a moderada [por exemplo 900°C-  
1100°C]; e outras composições tendo quantidades menores de

aditivos em utilizáveis em temperaturas mais elevadas [por exemplo 1100°C a 1500°C] ao mesmo tempo em que ainda retendo uma solubilidade aceitável [se não a maior] em salina fisiológica.

5 Por exemplo, o isolamento poria ter uma temperatura de uso contínua máximo de ~1000°C e compreende mais do que 20% em mol de óxido alcalino terroso ou óxido de metal de álcali. As composições que podem ser feitas por este método incluem, por exemplo, anortita [ $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ] e nete-

10 lina [ $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ ] que são conhecidos para ter taxas de dissolução muito similar para alguns dos vidros de bioper-

sistente baixos. O requerente suspeita que o mesmo pode ser verdade de outros silicatos cristalinos terroso álcali e al-

calino ou aluminosilicatos (por exemplo leucita

15 [ $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$ ] e volastonita [ $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ]), e estas estruturas cristalinas suporta 1000°C. Os materiais vítreos tendem a ser mais solúvel do que materiais cristalinos e a invenção não é limitada a materiais cristalinos, embora os materiais cristalinos podem dar melhores propriedades mecânicas.

20 As outras composições tendo quantidades mais baixas de aditivos e utilizável em temperaturas mais elevadas [por exemplo 1100° a 1500°C] ao mesmo tempo em que ainda re-

tendo uma solubilidade aceitável [se não a maior] salina fisiológica pode por exemplo, compreende menos do que 20% em

25 mol de oxido alcalino terroso ou oxide de metal álcali [veja por exemplo amostra 0127 acima que compreende 14,4% CaO, tem uma solubilidade estática de 24 horas de ~20 ppm/m<sup>2</sup>/g, e tem

um encolhimento efetivamente zero através da faixa de temperatura 1000°C a 1500°C].

Pelo ajuste de viscosidade e técnica de formação de fibra é possível controlar o diâmetro de fibra de algum modo [atestar a faixa de diâmetros médio para fibras comerciais indicadas acima]. O regime regulador Europeu atual aplica requerimento de rotulação diferente para fibras de silicato que compreende menos do que 18% de óxido alcalino terroso e alcalino de acordo com seu diâmetro. As fibras destes tipos com um diâmetro médio geométrico pesado de comprimento  $>6\mu\text{m}$  não são classificados como carcinógenas [na base na suposta respirabilidade menor do que fibras nas finas]. Entretanto para o melhor efeito isolante em diâmetros de fibra de temperaturas elevada de  $<5\mu\text{m}$ , tipicamente ao redor  $3 \pm 1\mu\text{m}$ , são preferidos. Conseqüentemente, dependendo de aplicação, a invenção contempla o uso de fibras tendo um diâmetro médio geométrico pesado de comprimento  $<6\mu\text{m}$ , preferivelmente  $<5\mu\text{m}$ , mais preferivelmente menos do que  $4\mu\text{m}$ , para fornece condutividade térmica baixa em um corpo isolante [tal como por exemplo uma manta] e/ou fibras mais grossas tendo um diâmetro médio geométrico pesado de comprimento  $>6\mu\text{m}$ , preferivelmente  $<15\mu\text{m}$  para fornece respirabilidade menor. Preferivelmente, tais fibras mais grossas têm  $<0,1\%$  em número das fibras com um diâmetro de  $<3\mu\text{m}$ .

[conseqüentemente a presente invenção contempla que as fibras têm um diâmetro médio geométrico pesado de comprimento  $<15\mu\text{m}$ ].

O uso de meio geométrico pesado comprimento com relação as fibras é um método que permitir o fato que fibras mais curtas são mais respiráveis que fibras mais longas. Tipicamente isto é medido observando-se um grupo de fibras empregando microscopia de elétron examinado com uma ampliação tipicamente de X5000. Uma linha é colocada através da tela de SEM e os diâmetros dessas fibras que cruzam a linha são medidos. A probabilidade que a fibra cruzará a linha esta relacionada com o comprimento da fibra e portanto corrige as tendências devido ao comprimento da fibra. Pelo menos 300 fibras são medidas. O método de cálculo envolve:

Medir o diâmetro de n fibras  
 $(d_1 \dots d_n)$   
 calcular o log natural para cada diâmetro de fibra  
 $\ln(d_1 \dots d_n)$   
 calcular a média  $X_{In}$  dos diâmetros de fibra registrados  
 $\sum(\ln(d_1 \dots d_n))/n$   
 toma o exponencial daquela média  $e^{x_{ln}}$ .

Sobre a legislação Européia relevante, a classificação com "carcinogênico" pode, ser omitido fornecido que pode ser demonstrado que fibras têm um diâmetro médio geométrico pesado comprimento menos dois erros padrão maior do que  $6\mu m$ . Para este cálculo o método compreende:

Medir o diâmetro de n fibras  $(d_1 \dots d_n)$   
 calcular o log natural para cada diâmetro de fibra  
 $\ln(d_1 \dots d_n)$   
 calcular a media  $X_{In}$  do diâmetro de fibra registrados  
 $\sum(\ln(d_1 \dots d_n))/n$

calcular o desvio padrão  $\sigma_{In}$  dos diâmetros de fibra registrados  $\sum(\ln(d_I) - x_{In}) / (n-1)$

calcular o erro padrão  $\epsilon_{In}$  do diâmetro de fibra registrados

5  $\sigma_{In}/n^{1/2}$

toma o exponencial da média menos dois erros padrões  $\text{Exp}(x_{In} - 2\epsilon_{In})$

Pode ser vantagem para esta figura a ser maior do que  $6\mu\text{m}$  em algumas aplicações.

10 Mistura de qualquer ou ambos os tipos de fibra de solução-gel [diâmetro  $<$  ou  $>6\mu\text{m}$ ] com fibras formadas por fusão é contemplada na invenção [veja por exemplo W000/75496 que descreve os efeitos benéficos de misturar fibras de solução-gel com fibras formadas por fusão em manta de suporte  
15 de temperatura elevada para conversores catalíticos e como dispositivos de controle da poluição]. As fibras formadas por fusão podem ser fibras de silicato alcalino terroso.

As fibras de silicato alcalino terroso receberam uma definição no Chemical Abstract Service Registry [Número  
20 de Registro: 436083-99-7] de: -

*"Substâncias químicas fabricadas na forma de fibras. Esta categoria abrange substâncias produzidas soprando-se ou girando-se uma mistura fundida de óxidos alcalino terroso, sílica e outros óxidos de menor/traço. Fundi em  
25 cerca de  $1500^{\circ}\text{C}$ . Consiste predominantemente de sílica (50-82% em peso), óxido de cálcio e magnésio (18-43% em peso), alumina, titânia e zirconia ( $<6\%$  em peso), e óxidos de traço".*

Esta definição refletir a regulação de segurança European Health e Safety que impõem requerimentos de rotulação especiais em fibras de silicato vítreas contendo menos do que 18% de óxidos alcalino terrosos. Ao mesmo tempo em  
5 que tal rotulação não é requerida em fibras cristalinas, a presente invenção permite a obtenção um tal nível de óxidos alcalino terrosos nas fibras reivindicadas particularmente para aplicações de faixa de temperatura médias [por exemplo 900°C-1100°C].

10 Tais fibras podem ser particularmente úteis na fabricação de isolamento térmico ou estruturas de suporte para uso em conversores catalíticos de sistemas de exaustão de automóvel e filtra particulado diesel, e um conversor catalítico de sistema de exaustão de automóvel ou filtro de particulado diesel pode compreender isolamento térmico ou estruturas de suporte feitas de tais fibras. O isolamento térmico ou estruturas de suporte podem suporta diretamente ou indiretamente um corpo catalisador e podem estar na forma de  
15 uma manta ou na forma de corpos formados à vácuo [por exemplo assim chamado "cones de extremidade "].  
20

Convenientemente, o isolamento térmico pode estar na forma de manta costurada, porém outras formas conhecidas (por exemplo feltros, papéis, formas formando à vácuo) são contempladas e se incluem no escopo desta invenção.

25 A mistura de fibras é um método conhecido para obter propriedades mecânicas ou térmicas requeridas. As fibras da presente invenção podem ser misturadas com outras

fibras [por exemplo outras fibras solução-gel ou fibras de silicato alcalino terroso].

As fibras da presente invenção podem também ser empregadas como materiais de reforço em cimentos, plásticos, 5 ou outros materiais de composto.

É conhecido usa materiais fibrosos como um componente de materiais de fricção. A presente invenção abrange o uso das fibras da invenção em materiais de fricção.

## REIVINDICAÇÕES

1. Isolamento térmico compreendendo fibras formadas por solução-gel, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

5           • uma composição de base refratária compreendendo  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$  em tais quantidades que  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$  esta na faixa de 50% a 99% da composição das fixas de solução -gel e na qual  $\text{Al}_2\text{O}_3$  esta presente em quantidades de pelo menos 25% em mol,

10           • e 1 a 35% em mol de um componente selecionado de óxidos de metal alcalino terrosos, óxidos de metal de álcali, e misturas destes e onde os referidos óxidos de metal alcalino terrosos ser presente compreendem um ou mais dentre óxido de cálcio, óxido de estrôncio, óxido de bário ou uma  
15           mistura destes.

2. Isolamento térmico, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a referida composição de base refratária tal mais do que 65% em mol da fibra de solução-gel, preferivelmente mais do que 70% em mol da composição, mais preferivelmente mais do que 75% em mol da composição, ainda mais preferivelmente, mais do que 80% em mol da composição.

3. Isolamento térmico, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 2, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o  
25           referido componente é ou compreende  $\text{CaO}$ ,  $\text{SrO}$ , ou uma mistura destes.

4. Isolamento térmico, de acordo com a reivindicação 3, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido componente é CaO.

5. Isolamento térmico, de acordo com a reivindicação 3, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido componente adicionalmente compreende óxido de magnésio.

6. Isolamento térmico, de acordo com a reivindicação 3 ou 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a quantidade de CaO é menor do que 25% em mol, preferivelmente menor do que 20% em mol.

7. Isolamento térmico, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, **CARACTERIZADO** pelo fato de que SiO<sub>2</sub> está presente em quantidade menor do que 50% em mol.

8. Isolamento térmico, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o isolamento térmico compreende óxidos alcalino terrosos em uma quantidade maior do que 18% em peso.

9. Isolamento térmico, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o isolamento térmico está na forma de uma manta costurada.

10. Isolamento térmico, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, **CARACTERIZADO** pelo fato de que as fibras formadas por solução-gel têm um diâmetro médio geométrico pesado de comprimento de < 15µm.

11. Fibras formadas por solução-gel **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende em % em mol:-

• Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e SiO<sub>2</sub> em tais quantidades que Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + SiO<sub>2</sub> está na faixa 50% a 99%

• um ou mais óxidos alcalino terroso e/ou óxidos de metal de álcali compreendendo no total 1% - 35% e no qual onde presente o óxido de metal alcalino terroso compreende um ou mais dente óxido de cálcio, óxido de estrôncio, óxido de bário ou uma mistura destes.

12. Fibras formadas por solução-gel, de acordo com a reivindicação 11, **CARACTERIZADO** pelo fato de que  $Al_2O_3 + SiO_2$  está na faixa de 65% a 95%.

13. Fibras formadas por solução-gel, de acordo com a reivindicação 12, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o um ou mais oxido alcalino terroso e/ou oxido de metal de álcali compreendem no total 5% a 30%.

14. Fibras formadas por solução gel, de acordo com qualquer um das reivindicações 11 a 13, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido um ou mais oxido alcalino terroso é ou compreende  $CaO$ ,  $SrO$ , ou uma mistura destes.

15. Fibras formadas por solução gel, de acordo com a reivindicação 14, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido um ou mais óxidos alcalino terroso é  $CaO$ .

16. Fibras formadas por solução gel, de acordo com a reivindicação 14, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o referido componente adicionalmente compreende óxido de magnésio.

17. Fibras formadas por solução gel, de acordo com qualquer das reivindicações 11 a 15, **CARACTERIZADO** pelo fato de que as fibras são predominantemente cristalinas.

18. Fibras de solução gel, de acordo com qualquer uma das reivindicações 11 a 17, **CARACTERIZADO** pelo fato de

que as fibras têm um diâmetro médio geométrico pesado de comprimento  $<15\mu\text{m}$ .

19. Fibras formadas por solução gel, de acordo com a reivindicação 18, **CARACTERIZADO** pelo fato de que as fibras  
5 têm um diâmetro médio geométrico de pesado comprimento  $<6\mu\text{m}$ .

20. Fibras de solução gel, de acordo com a reivindicação 19, **CARACTERIZADO** pelo fato de que as fibras têm um de diâmetro médio geométrico pesado de comprimento  $<5\mu\text{m}$ .

21. Fibras de solução gel, de acordo com a reivindicação 20, **CARACTERIZADO** pelo fato de que as fibras têm um  
10 de diâmetro médio geométrico pesado comprimento de  $3 \pm 1\mu\text{m}$ .

22. Fibras de solução gel, como reivindicado de acordo com a reivindicação 18, **CARACTERIZADO** pelo fato de que as fibras têm um de diâmetro médio geométrico pesado de  
15 comprimento  $>6\mu\text{m}$ .

23. Corpo fibroso, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreendendo fibras de solução gel de acordo com quaisquer das reivindicações 11 a 22.

24. Corpo fibroso, de acordo com a reivindicação  
20 23, **CARACTERIZADO** pelo fato de que adicionalmente compreende fibras formadas por fusão.

25. Corpo fibroso, de acordo com a reivindicação 24, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a fibra formada por fusão são ou compreendem fibras de silicato de alcalino terroso.

26. Corpo fibroso, de acordo com a reivindicação  
23, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende fibras de solução gel como reivindicado em quaisquer das reivindicações

19 a 21, misturadas com fibras de solução gel como reivindicado na reivindicação 22.

27. Particulado diesel ou Conversor catalítico de sistema de exaustão, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende um corpo de catalisador suportado diretamente ou indiretamente por isolamento térmico ou um corpo fibroso como reivindicado em quaisquer reivindicação precedente.

28. Método de produção de fibras de soluça-gel de acordo com quaisquer as reivindicações precedentes **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

a formação de uma solução compreendendo precursores para óxido de alumínio, óxido de silício, e um ou mais óxidos alcalino terroso e/ou óxidos de metal álcali

formar fibras da solução por um processo giratório no qual a solução é arremessada de um rotor e então jateada por um gás que atua para secar e gelar a solução para formar uma fibra

adicionalmente secar as referidas fibras

queimar as fibras resultantes em uma temperatura em excesso de 900°C para produzir fibras como reivindicado em quaisquer das reivindicações precedentes.

29. Método, como reivindicado de acordo com a reivindicação 28, **CARACTERIZADO** pelo fato de que as fibras têm um de diâmetro médio geométrico pesado de comprimento <15µm.

30. Método, como reivindicado de acordo com a reivindicação 28 ou reivindicação 29, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a queima das fibras ocorre a uma temperatura em excesso de 1000°C, preferivelmente em excesso de 1100°C.

31. Fibra formada por solução-gel, **CARACTERIZADO** pelo fato de que tem uma composição de anortita.



Fig. 2

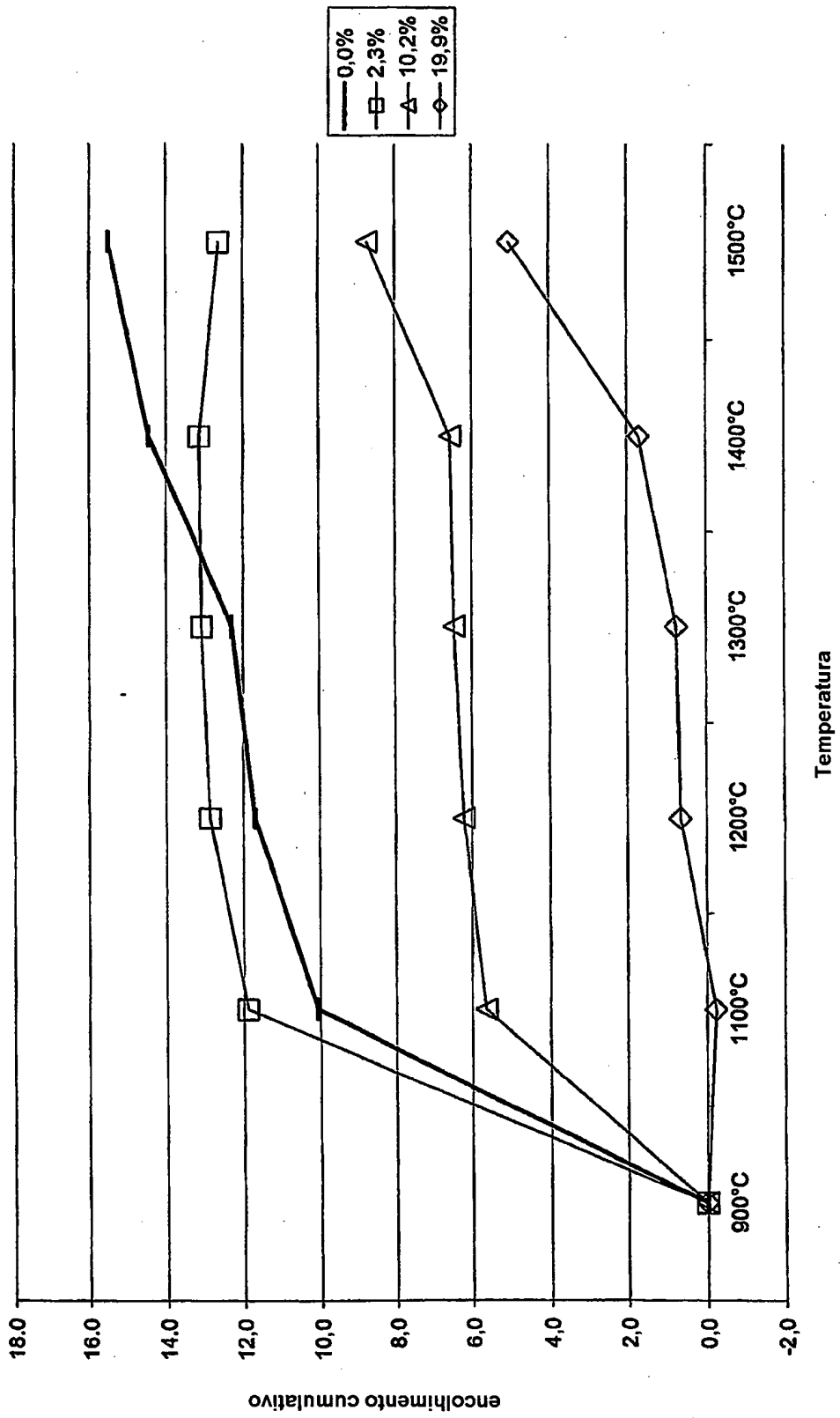


Fig. 3

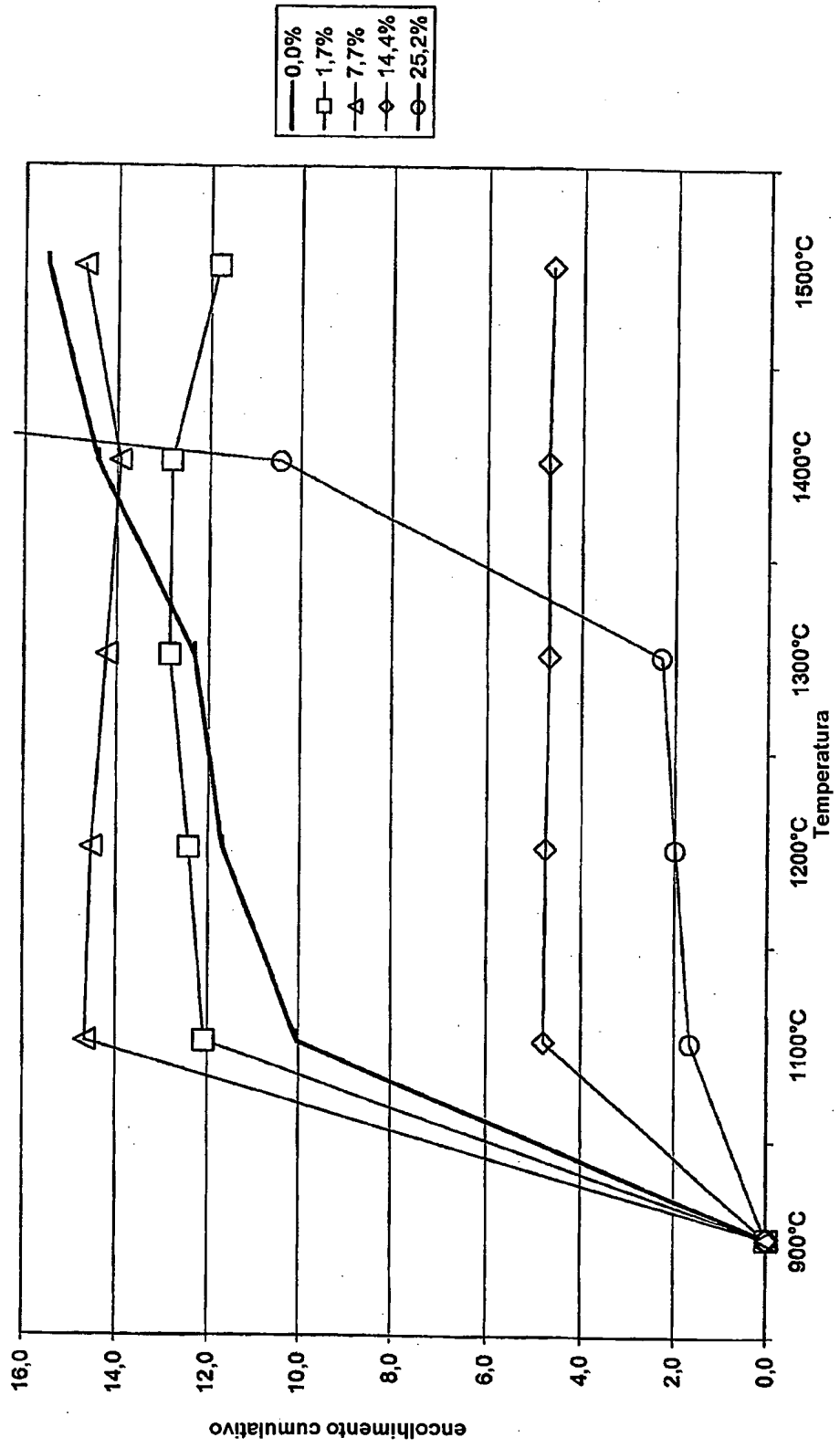


Fig. 4

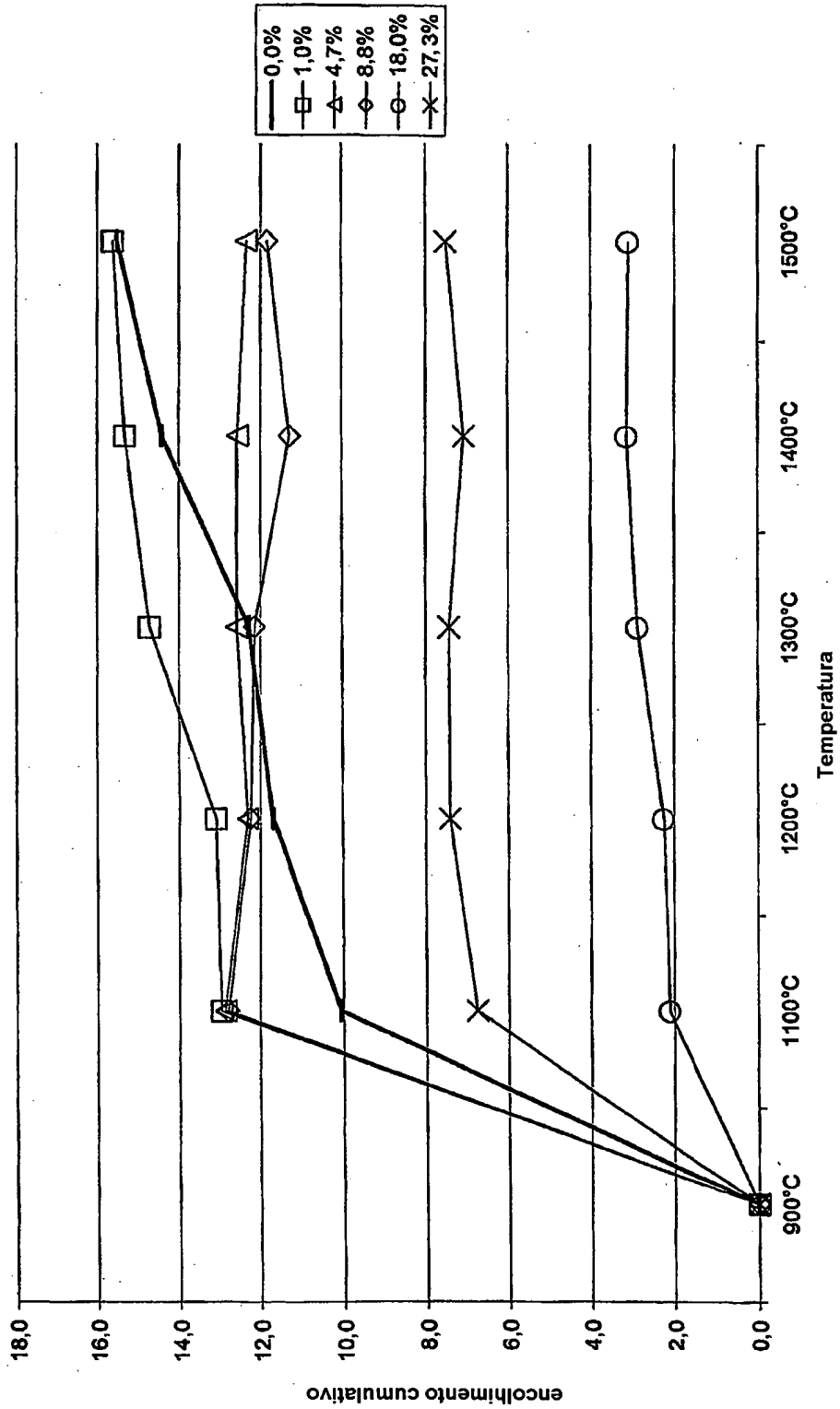


Fig. 5

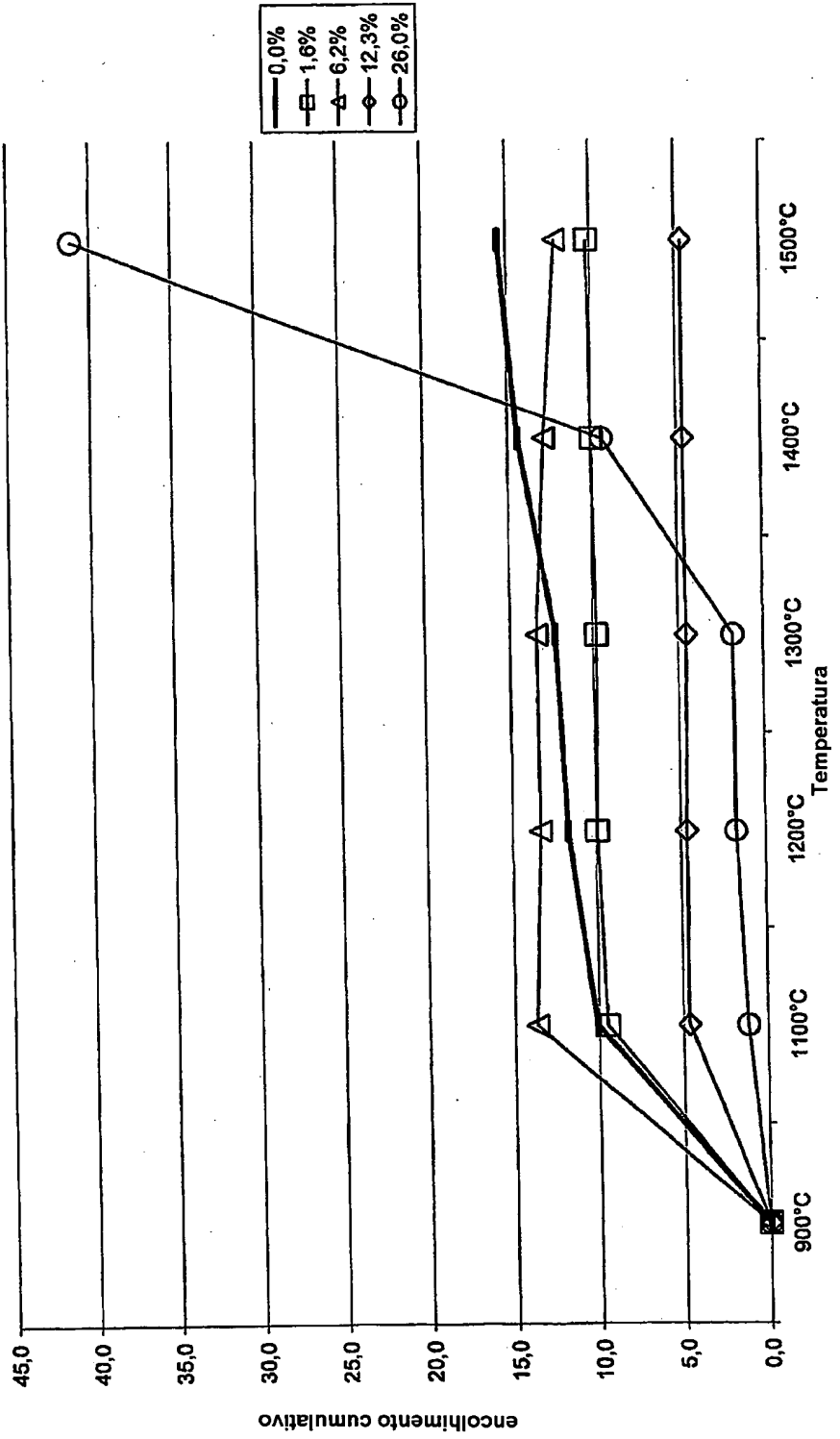


Fig. 6

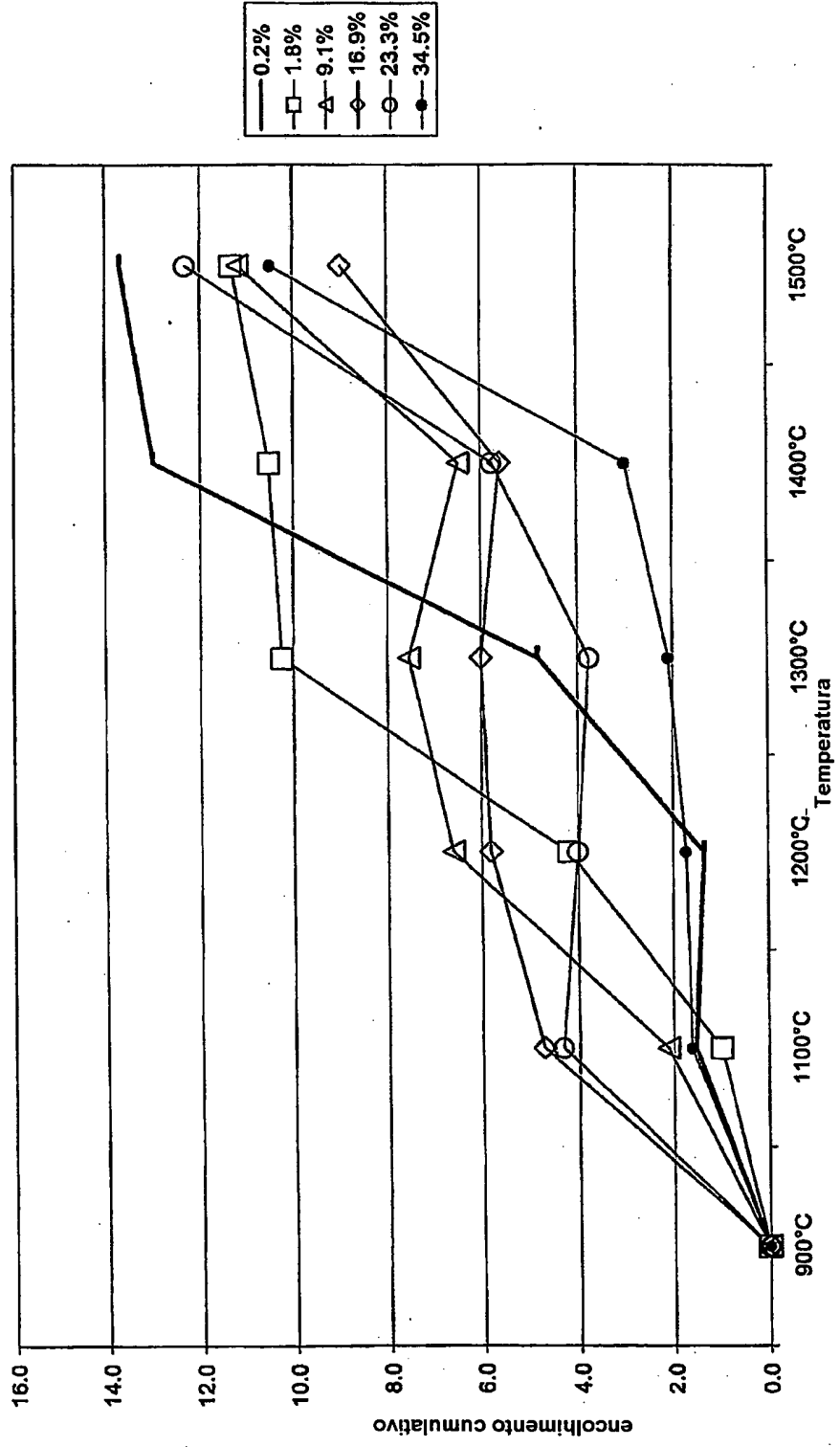


Fig. 7

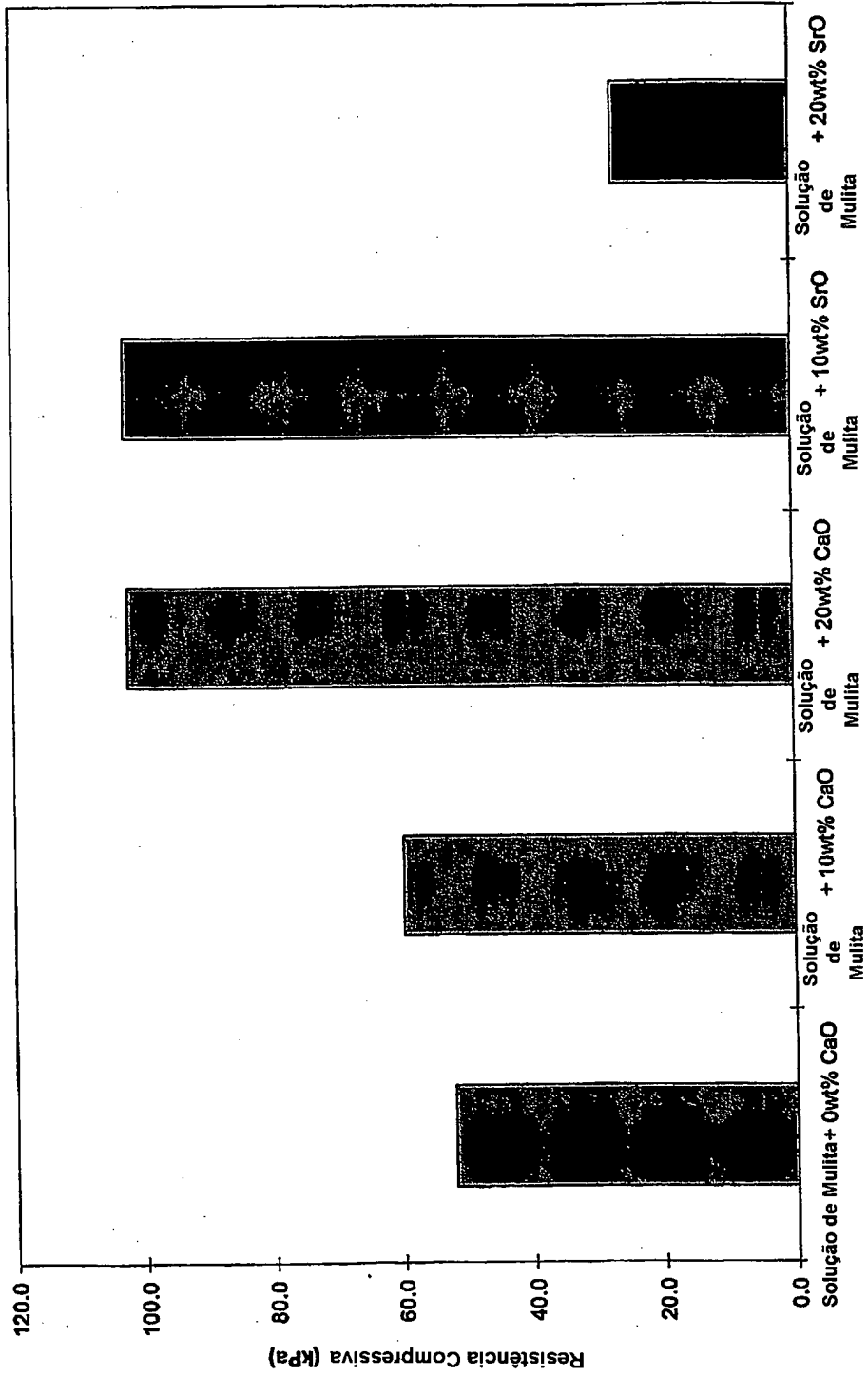


Fig. 8

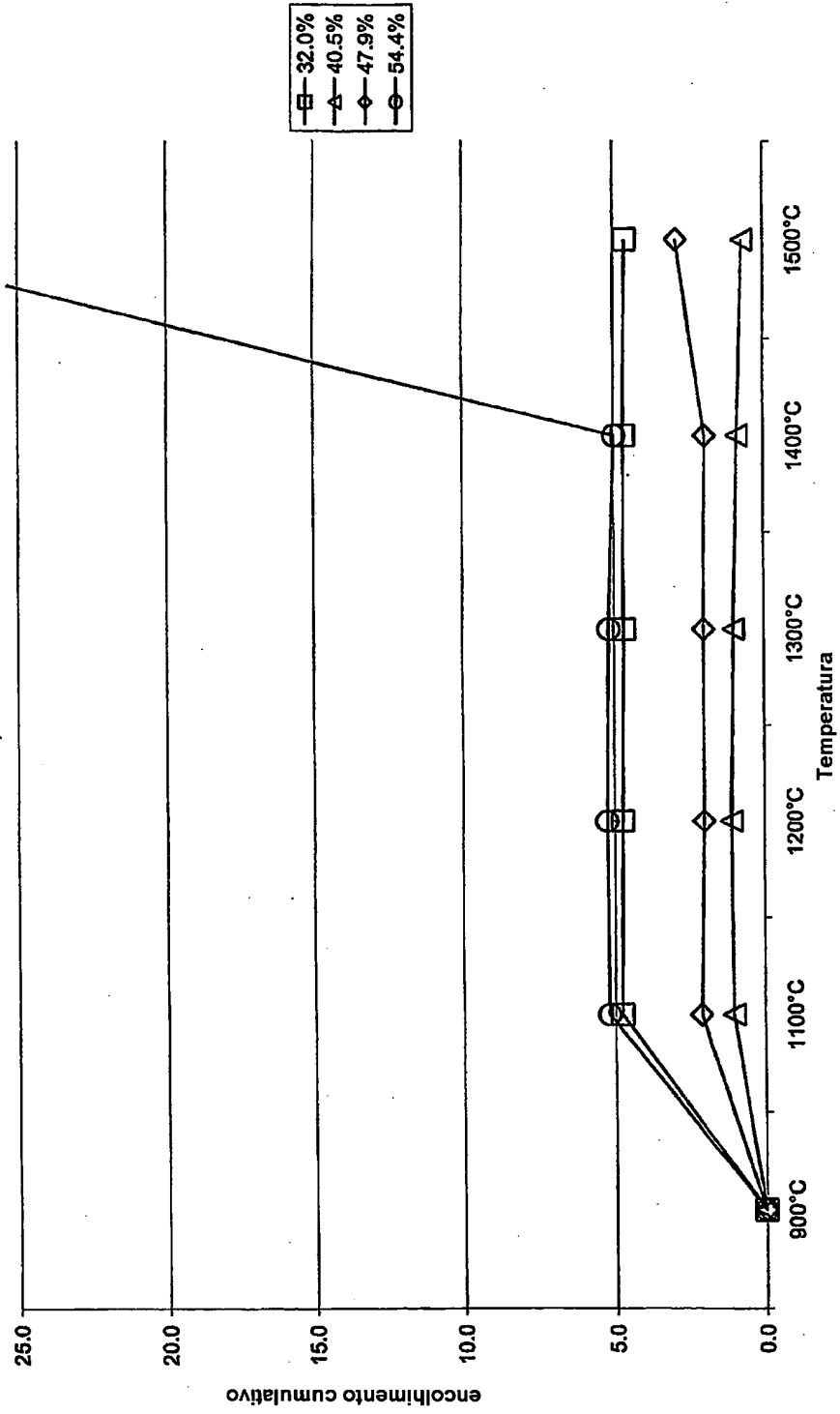


Fig. 9

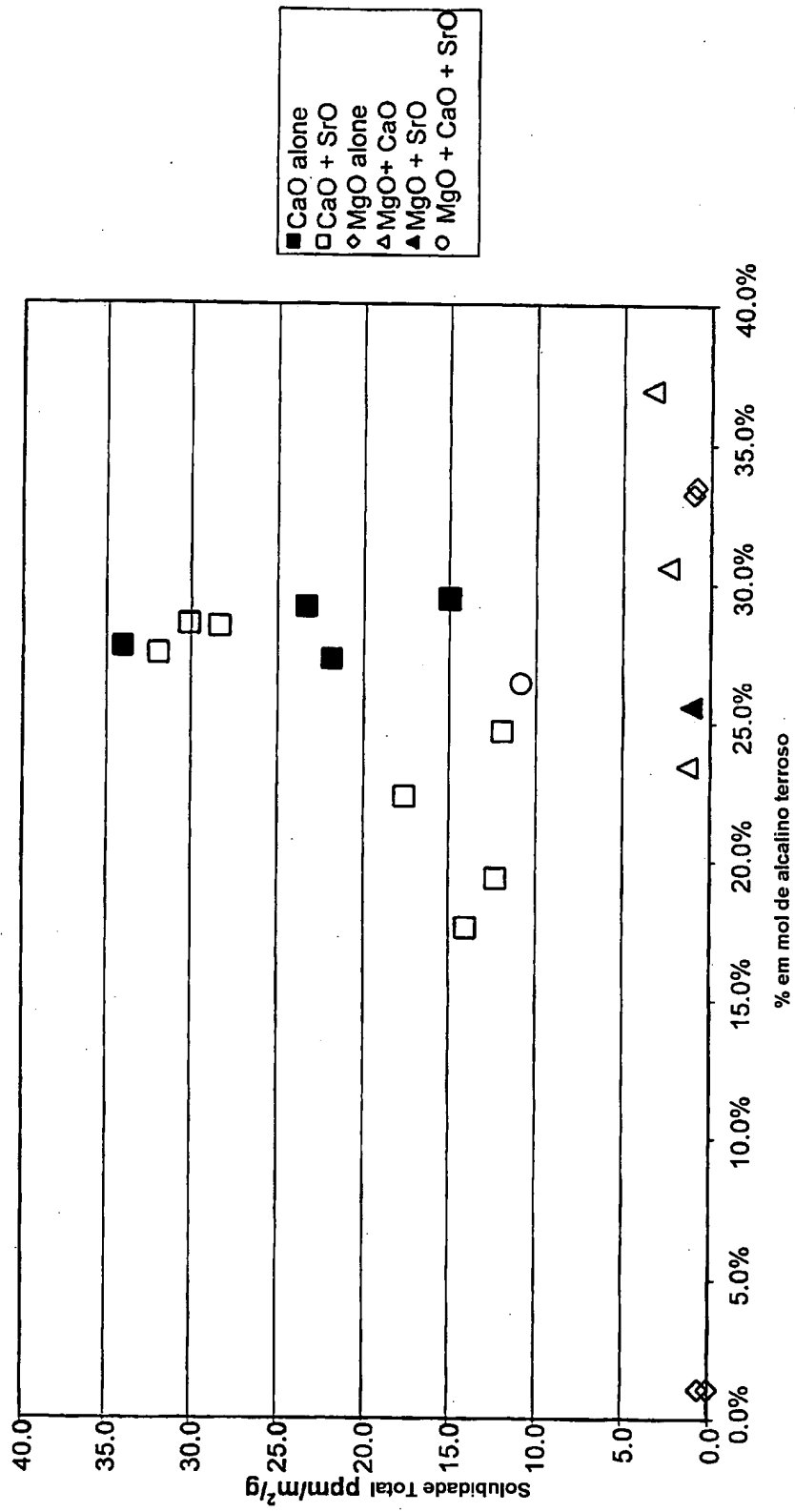
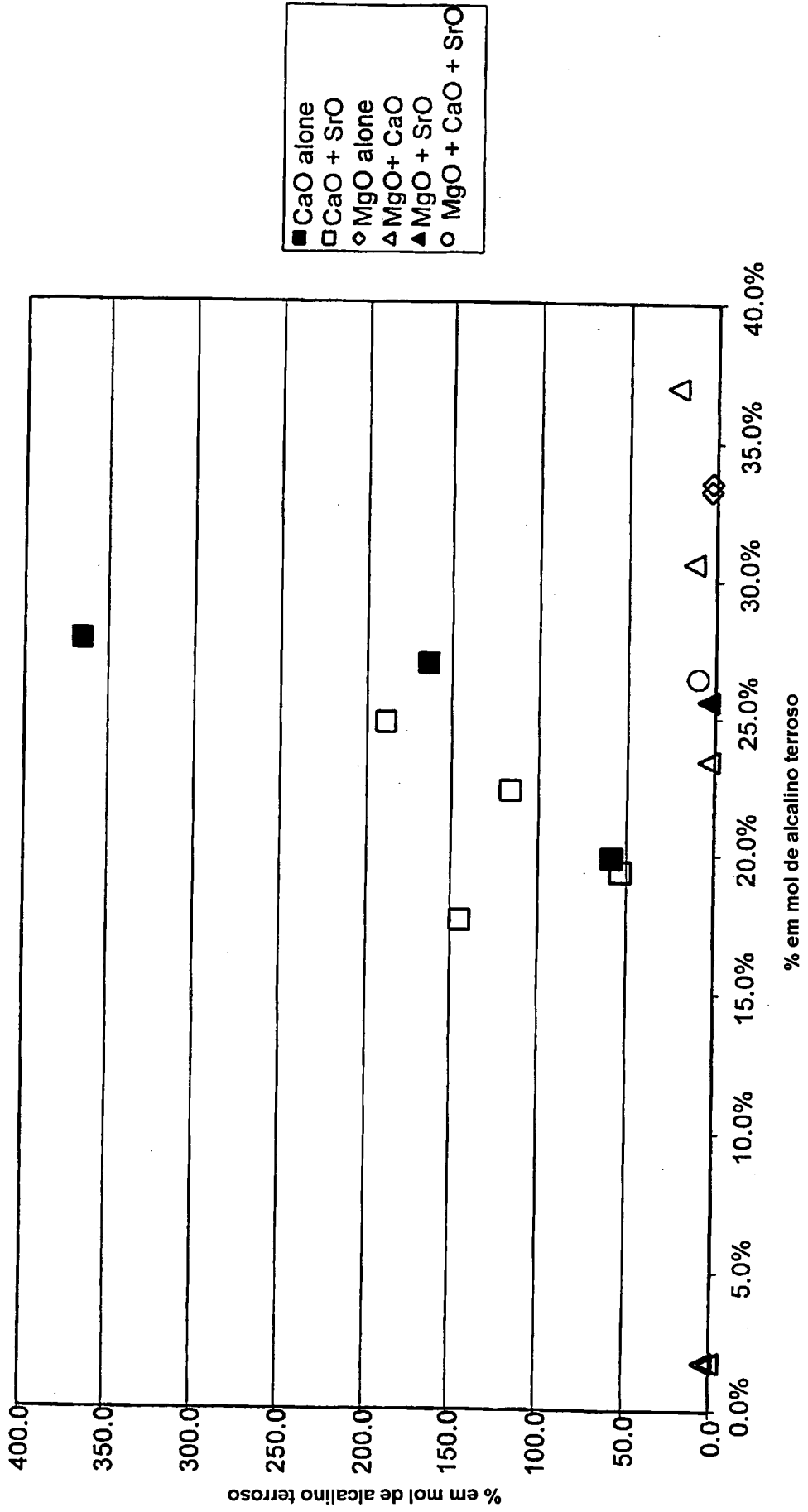


Fig. 10



RESUMO

## "FIBRAS RESISTENTES A TEMPERATURA ELEVADA"

O isolamento térmico compreende fibras formadas por solução-gel compreendendo 10 a 99% em mol de uma composição de base refratária, e 1 a 90% em mol de um componente selecionado de óxidos de metal alcalino terrosos, óxidos de metal de álcali, e misturas destes, e onde o referido óxidos de metal alcalino terrosos se presente compreendem um ou mais dentre óxido de cálcio, óxido de estrôncio, óxido de bário ou uma mistura destes. A base refratária compreende

5

10 SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.