



33-486
Ref: III

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
PATENTE DE INVENCION
en
ESPAÑA
por VEINTE años

a nombre de los Sres. FRANZ SKAUPY y GUSTAV WEISSENBERG,
ciudadanos alemanes, residentes respectivamente en Pau-
linenstrasse 27, Lichterfelde-West y Tejastrasse 11, Ma-
riendorf, ambos en Berlin, Alemania, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE
FILAMENTOS DE ACIDO SILICICO PURO, ESPE-
CIALMENTE DE CUARZO"

=====

La invención se refiere a la fabricación de
filamentos de ácido silícico puro, especialmente de cuar-
zo. Frente a los filamentos de cristal se distinguen los



5
filamentos de ácido silícico, especialmente de cuarzo,
por una mayor resistencia contra los ataques químicos
y contra la acción del calor. Además se distinguen los
filamentos de ácido silícico puro o bien de cuarzo, res-
pectivamente, por sus resistencias eléctricas extremada-
mente elevadas y especialmente, cuando se los ha vitri-
10 ficado posteriormente, por una pérdida dielectrica muy
pequeña.

Es conocido en sí el procedimiento de fabricar
filamentos de ácido silícico puro, especialmente de cuar-
zo, al hilar ácido silícico fundido o bien cuarzo fundi-
15 do. Esta fabricación es difícil por el hecho de que es pre-
ciso un trabajo a temperaturas extremadamente elevadas,
puesto que, como se sabe, el cuarzo empieza a fundir a
1710 grados C.

De acuerdo con la invención presente, se fabri-
can filamentos de ácido silícico puro, especialmente de
20 cuarzo, de manera, que se produce primero un filamento in-
termedio de un enlace conteniendo ácido silícico hilable
a temperaturas considerablemente mas bajas, que a conti-
nuación queda sometido a un tratamiento químico para se-
parar los componentes que no contengan ácido silícico, ob-
25 teniendo un filamento de sílice puro. Como sustancias con-
teniendo sílice que podrían emplearse en el procedimien-
to, según invención, podrían citarse los silicatos alcal-
linos fundibles a temperaturas relativamente bajas, pero
sobre todo los llamados silicatos de sosa o vidrio solu-
30 ble. Aparte de la fusión de silicatos alcalinos pueden
emplearse también enlaces acuosas de silicatos para la
producción del filamento intermedio. En el caso de emplear



35

enlaces de silicatos como materia prima para la fabricación del filamento intermedio, se puede trabajar ya sea con enlaces completamente clarificados y librados de sus impurezas por una filtración a través de un tamiz de malla fina, ya también, lo que se ha demostrado ser especialmente ventajoso, decantando una pequeña parte de silicato por la acción de ácido carbónico u otros ácidos débiles en forma coloidal. Este ácido carbonico coloidal queda finamente disgregado en el enlace, y no altera el proceso del hilado. En caso de necesidad se puede separar el enlace de silicato, previamente tratado de esta forma, por medio de centrifuga, en una parte más rica en silice y en otra parte más pobre en silice, siendo la primera la que se emplea especialmente para la fabricación de los filamentos intermedios.

40

45

50

55

También se ha propuesto ya la fabricación de filamentos de silicatos alcalinos, especialmente de los diferentes tipos de silicatos de sosa. Estos filamentos se estabilizan después por la acción de un medio estabilizador. Pero el objeto de este procedimiento ha sido la fabricación de filamentos de silicato y no la producción de filamentos de ácido silícico puro. Por lo tanto en estos métodos de trabajo, conocidos de antes no se han extraído los elementos básicos que no se componen de silice, de los filamentos que se han obtenido originalmente.

60

Para obtener de los filamentos intermedios, primeramente producidos, filamentos de ácido silícico puro, se someten los filamentos a un tratamiento de ácidos, de sales de ácidos o de otros enlaces que se trans-



forman químicamente con los componentes básicos de los silicatos.

65

Este tratamiento puede hacerse lo mismo en un baño acuoso que en fase gaseiforme. En el segundo caso es preciso apartar mediante un proceso de trabajo especial, los productos transformados formados por los elementos básicos de los silicatos. Por ejemplo, se puede transformar un filamento de silicato alcalino intermedio por la acción de ácido clorhídrico gaseiforme o de cloro, combinado con un lavado posterior o evaporación del cloruro de sodio, en un filamento de ácido silícico puro.

70

75

Para el proceso del lavado se emplea en primer término agua, pero también otros disolventes baratos, como por ejemplo alcohol diluido. Al emplear otros disolventes que el agua, se debe procurar su recuperación.

80

Al emplear baños de líquidos para la separación de los componentes básicos de los silicatos, se puede trabajar también según el así llamado procedimiento de hilado por vía húmeda, es decir que se puede hilar la solución de silicato alcalino directamente en un baño de decantación o separación de ácidos. En este caso se transforma, ya en estado naciente, el filamento intermedio de silicato alcalino en filamento de ácido silícico. En el procedimiento de hilado por vía seca - lo mismo de silicatos fundidos que de silicatos disueltos - forma la extracción de los componentes básicos un proceso de trabajo separado como continuación al proceso de hilado propiamente dicho.

85

90

Para obtener de filamentos intermedios, utili-



95

ando silicatos alcalinos fundidos o disueltos como material de hilado, un filamento de ácido silícico puro, es preciso proceder a un tratamiento posterior relativamente enérgico, del filamento intermedio primeramente obtenidos, para extraer completamente los componentes básicos, tratando a continuación en primer término la extracción de los componentes básicos por medio de soluciones de ácidos.

100

Lo mismo se refiere también a las formas de ejecución de la invención, en las que en lugar de soluciones de ácidos, se emplean sales de ácidos u otros enlaces que se transforman químicamente con los componentes básicos de los silicatos.

105

La graduación de la acción del ácido necesario para la separación de los componentes básicos, depende naturalmente del grosor del filamento. Cuanto más grueso es el filamento, más enérgico tiene que ser el tratamiento por el ácido, mientras que en caso de filamentos extremadamente delgados, una acción relativamente débil del ácido provoca ya una extracción completa de los componentes básicos.

110

115

Los tres factores, concentración de los ácidos, temperatura de tratamiento y duración de tratamiento se completan de manera, que el incremento de cada uno de estos factores, posibilita la disminución de uno o de los otros dos factores. Preferentemente se emplea para la extracción de los componentes básicos de los filamentos, concentraciones de ácidos al 5 - 50 %, empleándose en primer término fuertes ácidos minerales tales como: ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido nítrico,

120



para el tratamiento por ácidos; de los ácidos orgánicos se emplean preferentemente los ácidos relativamente fuertes como por ejemplo ácido fórmico, ácido oxálico, ácido acético para el tratamiento por ácidos. En lugar de soluciones acuosas de ácidos o sales de ácidos, pueden emplearse también soluciones de tal clase, que contienen además un medio de disolución orgánico, como por ejemplo; soluciones de ácidos de alcohol acuoso.

125

Generalmente basta para el tratamiento por medio de ácidos la temperatura de la habitación o una temperatura ligeramente aumentada, dependiendo la duración del tratamiento en primer término del espesor del filamento. En los filamentos de mediano espesor, por ejemplo de 10-20 μ es suficiente una duración de tratamiento de 10 minutos en caso de emplear ácido nítrico al 30% a temperatura de habitación.

130

135

Una forma de ejecución prácticamente importante para la extracción de los componentes básicos de los filamentos intermedios consiste en el hecho, de que se hacen actuar en primer término soluciones relativamente débiles sobre los filamentos, empleando a continuación soluciones de ácidos de concentración más elevada; caso de necesidad se puede intercalar también entre las diferentes etapas del tratamiento un lavado de los filamentos. La aplicación de una solución de concentración débil de ácidos se recomienda especialmente en el caso, en que durante el tratamiento de hilado por vía húmeda, el filamento se hila dentro de una solución ácida. Puesto que el empleo de un ácido concentrado, como líquido de extracción, provocaría en el tratamiento de hilado por vía húmeda, una solidificación demasiado rápida del fi-

140

145

150



lamiento, resulta conveniente el empleo de una solución ácida diluida como líquido de extracción, especialmente con vistas al proceso del hilado por estirado. Para la más completa extracción de los últimos restos de los componentes básicos, se procederá después convenientemente a un tratamiento posterior con soluciones ácidas concentradas.

155

160

Para la fabricación del filamento intermedio se puede emplear lo mismo el procedimiento de hilado por vía seca, que por vía húmeda. En el procedimiento por vía seca, se hila el filamento dentro del aire. La transformación del filamento intermedio en el filamento de ácido silícico se efectúa después. En el tratamiento de hilado

165

por vía húmeda, se hila el filamento intermedio en un baño de separación, con lo cual el filamento intermedio, ya durante el estado nascente, se transforma en parte. Ambos procedimientos se emplean, lo mismo tratándose del

170

proceso del trabajo, en el que forma la materia prima un silicato fundido, como también para el proceso de trabajo que emplea como materia prima una solución de silicato.

175

Tanto en el procedimiento de hilado por vía seca como en el procedimiento de hilado por vía húmeda, se obtienen según la invención, un filamento de ácido silícico, que se compone en gran parte de ácido silícico coe-loide o bien mejor dicho de ácido silícico microcristalino. En el procedimiento de hilado por vía seca, los microcristalitos estarán probablemente repartidos sin orientación

180

específica en los filamentos, mientras que en los filamentos producidos según el procedimiento por hilado por vía húmeda, existe una cierta orientación de los mi-



185

microcristalitos probablemente a lo largo del eje del filamento. Por el proceso de hilado por estirado, se aumenta todavía la dimensión de la orientación de los microcristalitos de manera que al aumentar la potencialidad del estirado, ocurre también un incremento en la orientación de los microcristalitos. Con esta orientación de los microcristalitos se presenta un mejoramiento de las condiciones mecánicas, especialmente en la ductilidad de los filamentos.

190

El tamaño de los cristalitos, como puede ser probado, depende en gran manera de las condiciones de generación, especialmente de la presión y de la temperatura. Se aplican aquí las reglas conocidas de la formación de cristales.

195

El retraso en el proceso de separación actúa en el hidrotérmico, sentido de provocar el aumento y la orientación reforzada de los cristales.

200

Para mejorar las condiciones mecánicas del filamento de ácido silícico, puede resultar en algún caso conveniente, producir una vitrificación completa del filamento. Esto se hace, según la invención sometiendo el filamento de ácido silícico a un calentamiento posterior, en el que se emplean temperaturas suficientes para la vitrificación de la sílice o del cuarzo. Pero para no destrozarse durante este calentamiento el filamento, es preciso conducir el hilo a una velocidad relativamente grande, a través de la zona de calentamiento.

205

Como consecuencia de la reducida capacidad térmica del filamento basta un corto calentamiento para obtener una vitrificación completa. Como consecuencia de la

210



215

pequeña capacidad térmica del filamento, este se enfria en seguida, una vez que haya pasado por la zona de calentamiento, con tal rapidez, que no es de esperar una desvitrificación (formación de modificaciones cristalinas del cuarzo, por ejemplo del "cristobalite") Según y conforme que el filamento a calentar esté constituido por, ácido silícico o cuarzo (probablemente cuarzo del tipo β) hay que escoger la temperatura de vitrificación.

220

225

La duración del calentamiento depende en cada caso del diametro del filamento; en filamentos de 5 μ basta una velocidad de paso a través de una zona estrecha a alta temperatura, de 1000 metros por minuto. Tratándose de filamentos todavía más delgados puede aumentarse la velocidad todavía más aún; los filamentos más gruesos necesitan una disminución correspondiente en la velocidad del paso. Durante el paso del filamento de ácido silícico a través de la zona de calentamiento puede conseguirse eventualmente una depuración sucesiva de la finura del filamento por el empleo del estirado o tracción.

230

235

Caso de desear la obtención de filamentos de color, se pueden añadir sustancias minerales a propósito, desde el principio, al material a hilar, teniendo cuidado de emplear únicamente sustancias colorantes de tal clase, que no se quitan, al ser tratado posteriormente el filamento intermedio con sustancias que separan los componentes básicos del filamento de ácido silícico. Por ejemplo, se indican como colorantes a propósito, metales coloides, especialmente metales preciosos o enlaces de óxidos de metales o metaloides, en los que

240



los metales o metaloides no se presentan en la etapa de la oxidación más pronunciada.

245

Para explicar mejor la invención se indican a continuación los ejemplos siguientes:

Ejemplo 1a

250

Se somete silicato de sosa (vidrio soluble) corriente en el comercio, de la composición $1\text{Na}_2\text{O}$, 3SiO_2 a un proceso de fusión. Para purificar ésta, se le calienta bastante tiempo o se evacua. La fusión pasa a través de boquillas, siguiendo el procedimiento corriente del hilado de filamentos de cristal, produciendo filamentos, por ejemplo por encima de un tambor o con ayuda del principio conocido del inyector, en el que el filamento que sale de la boquilla es cogido y arrastrado por una corriente de vapor o de aire comprimido. La temperatura de trabajo está por debajo de los 1000°C , lo que representa una ventaja considerable con el hilado que se hace inmediatamente despues de la fusión del cuarzo. Los filamentos hilados de esta manera de 2-10 μ serán tratados después con ácido sulfúrico al 50% a temperatura de habitación durante 5 minutos, siendo lavados después con mucho cuidado.

255

260

Se obtienen filamentos teñidos de azul, si se añade dióxido de titanio reducido en corriente de hidrogeno, a la fusión del silicato de sosa, calentándose tanto tiempo, hasta conseguir una solución.

265

Ejemplo 2a

Se diluye vidrio soluble doble sólido del comercio, de la composición de $1\text{Na}_2\text{O}$, $1\text{K}_2\text{O}$, 6SiO_2 en agua sobran- te, evaporando la solución, preferentemente en el vacío para evitar la acción indeseada del ácido carbónico,

270



275

hasta conseguir una concentración correspondiente a peso específico de 602 Be. Esta solución, después de ser ventilada y filtrada, se hila por el procedimiento de hilado por vía seca en filamentos de 1 - 10 μ . Mediante un tratamiento posterior complementario con ácido nítrico al 30% a 40% C durante 2 minutos, se genera el álcali. Después se hace pasar el filamento con una velocidad de paso de 1000 metros por minuto a través de una llama de gas fulminante, o de gas de alumorado y oxígeno o de una fuente de energía eléctrica.

280

Ejemplo 32

285

Se diluye silicato de potasa corriente del comercio, de la composición $1K_2O, 2SiO_2$, en un volumen de agua cinco veces mayor, ventilado y filtrado después. Esta solución se hila en una solución de ácido clorhídrico al 5% como baño de extracción (separación), empleando el procedimiento de hilado por vía húmeda, recogida sobre unas bobinas de hilado centrifugadas. La torta de hilado queda sometida después a un tratamiento posterior, primeramente con ácido al 10% y a continuación con otro al 20%, si acaso, intercalando un baño de lavado.

290

295

En todos estos tres ejemplos se trabaja según el procedimiento de hilado por estirado, es decir que el diámetro de la boquilla es de 10-100 veces mayor que el diámetro final del filamento.

=====

===== N. N. A. =====

=====

300

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Inven-



oión en España, son los siguientes:

305 19) - Un procedimiento para la obtención de filamentos de ácido silícico puro especialmente de cuarzo, caracterizado por el hecho de que se produce de un enlace de ácido silícico, que permite un hilado a temperatura más baja, que el ácido silícico puro, un filamento intermedio, el que a continuación queda purificado por un tratamiento energico con ácidos, sales de ácidos u
310 otros enlaces a propósito, de los componentes que no son de ácido silícico.

315 20) - Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 19, caracterizado por el hecho de que la fusión de un enlace de ácido silícico, fácilmente fusible, como por ejemplo silicatos alcalinos, especialmente de silicato de sosa, sirve de materia inicial para la producción del filamento intermedio.

320 31) - Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 19, caracterizado por el hecho de que se emplea la solución acuosa de un silicato de fácil disolución, por ejemplo de un silicato alcalino tal como el silicato de sosa, para la obtención de un filamento intermedio.

325 42) - Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 19, caracterizado por el hecho de que se emplea como material para la fabricación del filamento intermedio, la solución acuosa de un silicato de fácil disolución, como por ejemplo el silicato alcalino tal como el silicato de sosa, de la que se separa por la acción de un ácido de débil concentración, una parte del ácido silícico en forma coloidal, a continuación de la cual, si acaso, por ejemplo por una acción centrífuga, se puede conseguir una se-

330



paración de la solución en una parte pobre en ácido silícico, y en otra rica en ácido silícico, que se utiliza preferentemente para la obtención del filamento intermedio.

335

52) - Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 12, caracterizado por el hecho de que la obtención del filamento intermedio se consigue según el principio del hilado por vía seca o por vía húmeda, convenientemente empleando el principio del hilado por estiramiento.

340

62) - Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 12, caracterizado por el hecho de que según el grosor del filamento intermedio y a temperatura de habitación o temperatura aumentada, se emplea la acción de ácidos o sales de ácidos has a una concentración del 50% durante una duración de una fracción de minuto hasta de 15 minutos, sobre un filamento intermedio.

345

72) - Un procedimiento según lo reivindicado en uno de los puntos anteriores, caracterizado por el hecho de que para conseguir la vitrificación del filamento de ácido silícico, se somete éste a un calentamiento posterior.

350

82) - Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 72, caracterizado por el hecho de que se conduce el hilo a una velocidad de paso de unos 1000 metros por minuto a través de una llama de gas fulminante o de una zona de calentamiento estrecha, por ejemplo calentada eléctricamente.

355

92) - Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 72 y 82, caracterizado por el hecho de que

360



365 durante la conducción a través de la zona de calentamiento y para conseguir una disminución del diámetro del filamento, se ejerce un efecto de tracción sobre el hilo.

102) - Un procedimiento para la fabricación de filamentos de ácido silícico puro, especialmente de cuarzo.

370 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de catorce hojas escritas por una sola cara.

San Sebastián a 10 de Mayo de 1911

III Año Triunfal.

P. A.

ALBERTO DE ELZEBURG
Agente de la Propiedad Industrial

P. P. *J. M. Alvarado*

ALBERTO DE ELZABURU
Agente de la Propiedad Industrial
P.P.