

179210

179210



MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

UNA PATENTE DE INVENCION, POR VEINTE AÑOS EN ESPAÑA, A FAVOR DE OWENS-CORNING FIBERGLAS CORPORATION, RESIDENTE EN TOLEDO (Ohio) EE. UU.

s o b r e:

"METODO PARA FABRICAR ARTICULOS COMPUESTOS DE FIBRAS DE VIDRIO"

-----oOo-----

La presente invención se relaciona con la fabricación de las fibras de vidrio. Se refiere más concretamente a un procedimiento para el tratamiento de las fibras de vidrio y de los tejidos que se obtienen con tales fibras, dicho tratamiento siendo tal que los constituyentes no-síliceos son eliminados de las fibras mediante lixiviación, con vistas a obtener fibras de fuerte contenido en sílice y tejidos de una composición nueva cuyas propiedades quedan mejoradas.

Los progresos recientes realizados en la industria del vidrio hilado y el desarrollo de un campo cada vez mayor



para las aplicaciones de textiles y de productos teñidos o no de fibras de vidrio han hecho preciso se lleven a cabo nuevos perfeccionamientos en los procedimientos de producción en las composiciones y en las propiedades físicas de las fi-
5 - bras. Los procedimientos conocidos para la producción económica en gran escala de las fibras de vidrio, imponen ciertos límites en lo que se refiere a los tipos y a las composiciones de los vidrios que pueden emplearse, y por consiguiente, igualmente en las composiciones y en las propiedades físicas
10 - de las fibras a producir. Los vidrios aptos para la fabricación de objetos de dimensiones relativamente grandes, como los utensilios de todas clases, los aisladores eléctricos, etc., que ofrecen una resistencia elevada al calor y a las acciones químicas, una resistencias elevada y otras desea-
15 - bles propiedades, no suelen ser comunmente apropiados para la producción de fibras. Entre las causas que dificultan dicha aplicación pueden citarse : temperaturas de fusión demasiado elevadas, viscosidades demasiado elevadas a las temperaturas de fusión, alcalinidad perjudicial, tendencia a formar "gotas" durante el procedimiento de soplado, tendencia a
20 - la rotura de la fibra continua en el procedimiento de estirado, etc.

El objeto principal de la invención consiste en la formación de fibras de vidrio partiendo de composiciones fáciles de trabajar y en la modificación ulterior de la composición de las fibras por lixiviación de por lo menos algunos
25 - de los fundentes empleados en la fusión del vidrio.

La invención tiene asimismo por objetos :

- fibras de vidrio poseyendo composiciones nuevas.
- 30 - e fibras de vidrio de una gran resistencia química,

179210

- 3 -



especialmente a los ácidos.

5 fibras de vidrio compuestas de sílice y de óxidos refractarios.

5 - - fibras de vidrio dotadas de una gran capacidad -
de absorción.

- fibras de vidrio porosas.

0 - - fibras de vidrio porosas, con un elevado contenido en sílice.

10 - - fibras de vidrio porosas de sílice prácticamente puro, que pueden ser re-vitrificadas a baja temperatura.

- fibras de vidrio y productos fieltrosados ó tejidos dotados de una resistencia al calor igual o superior a la de materias similares conocidas hasta el presente.

- una materia substitutiva del asbesto.

15 - - una materia para el aislamiento térmico a temperaturas elevadas.

También tiene por objeto la mejora de las propiedades eléctricas de las fibras de vidrio y de los productos confeccionados con dichas fibras.

20 - Tiene por otro lado por objeto la producción de fibras de vidrios y de tejidos suaves al tacto.

Se ha comprobado de acuerdo con la invención, que la lixiviación de los productos de vidrio fibroso, con vistas a eliminar constituyentes no-silíceos, con el fin de modificar la composición del vidrio y, al mismo tiempo, de obtener productos fibrosos resistentes, no puede efectuarse de la manera, y por los procedimientos conocidos hasta ahora para la lixiviación y la re-vitrificación de objetos de vidrio dotados de una masa relativamente importante, sino que
25 -
30 - debe adaptarse a las prescripciones y a las condiciones in-

179210

- 4 -



dicadas anteriormente. Muy en primer lugar, el tratamiento térmico previo, generalmente empleado para acondicionar el vidrio con vistas a la lixiviación, o para provocar la separación o la formación de una fase ó composición soluble

5 - dispersa en la masa del vidrio, no puede ser utilizado cuando se trata de fibras de vidrio. Este se debe al hecho de - que el calentamiento de las fibras o materias fibrosas durante el necesario período de tiempo y la temperatura apropiada, origina la aglutinación o la soldura de las fibras. Al

10 - coincidir con productos macizos las fibras pasarán casi instantáneamente por enfriamiento del estado muy fluido al estado completamente sólido. Es tan corto este lapso de tiempo que imposibilita la separación de una pieza soluble, tal como suele en ocasiones producirse durante el enfriamiento normal de los objetos macizos.

15 -

Por otra parte, las fibras que posean un diámetro superior a 0,025 mm. aproximadamente, no podrán ser lixiviadas de una manera satisfactoria, ya que resultan ser prácticamente impermeables sin previo tratamiento térmico, o también porque se pulverizan o porque se disgregan bajo la acción de los esfuerzos de ruptura engendrados en el vidrio durante la lixiviación. Pero las fibras que tengan un diámetro inferior a 0,025 mm. aproximadamente, podrán ser lixiviadas de una manera satisfactoria debido a que tales esfuerzos no

20 - llegan a ser lo demasiado importantes antes de que las fibras hayan sido completamente lixiviadas. El empleo de fibras cuyo diámetro sea más débil todavía, por ejemplo 0.0075 mm. - aproximadamente, ofrece grandes ventajas no solamente porque el efecto de la lixiviación es más notable, y porque la gama

25 - de las composiciones que pueden ser lixiviadas sea mayor que

30 -

179210

- 5 -



con fibras de una magnitud aproximada de 0.025 mm. sino porque la confección de los tejidos exige el empleo de tales fibras más finas. La lixiviación del tratamiento ulterior para hacer más compactas a las fibras constituyen una característica de la invención, como podrá verse posteriormente.

Haciendo abstracción de ciertas limitaciones relacionadas con la composición, podrán lixivarse por boro-silicatos y los no-boro-silicatos en soluciones ácidas para la extracción de los elementos no-silíceos cuando estos se hallen en forma de fibras con un diámetro inferior a 0.025 mm. aproximadamente, Contrariamente, no podrá efectuarse la lixiviación de los no-boro-silicatos de manera satisfactoria cuando se encuentran en forma maciza.

Los boro-silicatos cuyo contenido en SiO_2 sea superior al 75% aproximadamente, no podrán ser lixiviados sin un previo tratamiento térmico. Por consiguiente, no podrá efectuarse la lixiviación de las fibras obtenidas en tales vidrios ya que es imposible hacerles experimentar un eficaz tratamiento térmico, como queda especificado anteriormente. Por otro lado, las fibras de vidrio a base de boro silicatos, cuyo diámetro sea inferior a unos 0.025 mm. y que presenten un contenido en SiO_2 inferior al 75% aproximadamente, podrán lixivarse fácilmente en soluciones ácidas, como por ejemplo, soluciones de ácido clorhídrico.

Quando la mayor parte de los constituyentes no-silíceos de los vidrios a base de boro-silicato alcalino forma compuestos solubles en el agua en el curso de la lixiviación, podrá efectuarse la lixiviación de dichos vidrios con agua. De todas formas, si el contenido en álcali es elevado, el baño se convertirá en alcalino durante la lixiviación, de lo que

179210⁶ -



resultará un ataque de la textura silicea de las fibras. Para vencer dicha dificultad será preciso añadir ácido al baño. Cuando la relación entre el álcali y el óxido de boro es débil, no superior por ejemplo a aproximadamente 1 : 5,

5 - la solución permanecerá sensiblemente neutra, resultando inútil la adición de ácido al baño.

Si se efectúa la lixiviación con una solución ácida de las fibras de vidrio compuestas de sílice, de óxido de boro, de óxido de un metal alcalino, y de aluminio, y que res-

10 - pondan a las condiciones precitadas con referencia al diámetro y al contenido en sílice, la composición final de las fibras lixiviadas diferirá de la de los objetos macizos fabricados con el mismo vidrio, que haya sufrido un tratamiento térmico y sido lixiviado de la misma manera. Un boro-silicato

15 - to alcalino con un contenido en Al^2O^3 de aproximadamente un 2% tratado térmicamente y lixiviados en forma maciza, es decir, con un espesor sensiblemente superior a 0.025 mm. aproximadamente, tendrá una composición final tal que el contenido en SiO^2 será superior al 96%, el contenido en B^2O^3 será aproximadamente

20 - madamente del 3%, con rastros de Al^2O^3 y de Na^2O . Más si el mismo vidrio en forma de fibras de un diámetro inferior a 0.025 mm. es lixiviado en las mismas condiciones, la composición final de las fibras resultará tal que el contenido en SiO^2 será superior al 96%, el contenido en Al^2O^3 , será aproximadamente

25 - madamente del 3%, con rastros de B^2O^3 y de Na^2O .

Las fibras de vidrio de boro-silicato, sensiblemente exentas de óxidos de metales alcalinos, pero conteniendo cantidades apreciables de óxidos del segundo grupo y de aluminio, podrán igualmente ser lixiviadas, aunque exigen una

30 - solución ácida debido a que la mayor parte de los constitu-

179210

- 7 -



yentes no-silíceos resulta prácticamente insoluble en el agua. El vidrio inicial debe presentar un contenido en SiO^2 no superior al 56%, un contenido total en óxidos del segundo grupo no superior al 22% aproximadamente, un contenido en Al^2O^3 5 - no inferior aproximadamente el 12% y un contenido en B^2O^3 de por lo menos un 5%. Estos vidrios poseen propiedades que les hacen especialmente apropiados para su estirado en fibras. - Las fibras obtenidas presentan un fuerte contenido en sílice, están exentas de álcalis y comprenden cantidades apreciables 10 - de aluminio y de óxidos de segundo grupo.

Las fibras de vidrio a base de cal y de sosa o de vidrios compuestos de sílice, de óxido de metal alcalino, y de óxido del segundo grupo, como por ejemplo óxidos de berilio, de magnesio, de calcio, de zinc, de estroncio, de cadmio y de 15 - bario, y que presentan un contenido en SiO^2 no superior a aproximadamente el 75% se dejan fácilmente lixiviar, siempre que su contenido en álcali no rebase el 20% aproximadamente. Cuando ha disminuido el contenido en sílice de dichos vidrios, la cantidad mínima de óxido de metal alcalino que deberá estar pre- 20 - sente puede ser que también haya disminuido un poco.

Podrá obtenerse, según la invención, fibras de composiciones inusitadas por incorporación de óxidos de metales que forman en el vidrio resultante, constituyentes insolubles en los ácidos. Los vidrios compuestos de sílice, de óxido de metal 25 - alcalino y de óxido de circonio por ejemplo, cuyo contenido total en óxido de metal alcalino no es inferior al 25% aproximadamente y cuyo contenido en ZrO^2 no es superior al 15% aproximadamente, estirados en fibras que posean un diámetro inferior a 0.025 mm., y, lixiviados con una solución ácida, 30 - dan por resultado, vidrios compuestos, de sílice y de cir-

179210

- 8 -



conio y que contienen rastros de óxido de metal alcalino. Por ejemplo, un vidrio compuesto de 61,9% de SiO_2 , de 28,6% de Na_2O y de 9,5% de ZrO_2 ha sido estirado, en fibras de un diámetro inferior a 0.025 mm. procediendo inmediatamente a su

5 - lixiviación en una solución acuosa de ácidos clorhídricos y a enjuagarlas en agua pura. Dichas fibras presentaron en seguida una composición constituida aproximadamente por un 88% de SiO_2 , un 12% aproximadamente de ZrO_2 y 0.025% de Na_2O . Se obtuvieron resultados análogos al substituir el óxido de cir-

10 - conio por óxido de titanio o de torio.

Para la puesta en práctica de la invención es esencial que se mantenga el baño de lixiviación en un estado no alcalino, es decir que sea neutro en ácido. Como quedó especificado anteriormente, ciertos vidrios fuertemente ácidos

15 - son una gran proporción de ácido de boro y una proporción débil o nulo de óxido de metal alcalino, podrán ser lixiviados en agua. En el caso de vidrios fuertemente básicos, por ejemplo; vidrio conteniendo una fuerte proporción de óxido de metal alcalino o de óxido del segundo grupo, está indicado el

20 - emplear una solución fuertemente ácida. Si la cantidad de ácido presente en el baño no bastase para neutralizar todos los constituyentes básicos del vidrio, dicho baño podría convertirse en alcalino y podría disolverse la sílice de las fibras, lo que daría lugar a la disgregación de tales fibras.

25 - Teniendo en cuenta el débil diámetro de las fibras y la débil profundidad de penetración sobre la que habrá de ejercerse el efecto de lixiviación para que obre en todo el espesor de las fibras, la duración de la lixiviación será relativamente corta, aunque puede variar entre los diez minutos y una hora

30 - o más de acuerdo con la concentración del ácido en el baño

179210

- 9 -



- de lixiviación y según la temperatura. Por lo general, la velocidad de lixiviación podrá aumentarse mediante el incremento de la concentración ácida y/o por el incremento de la temperatura. Después de la lixiviación las fibras habrán de ser cuidadosamente enjuagadas con agua pura. Si la duración de la lixiviación alcanzase varias horas, ésta es precisamente la que se necesita para masas compactas de fibras ó para tejidos de gran espesor con mallas estrechas, ya que la difusión del solvente en la masa es relativamente lenta.
- 5 -
- 10 - Las fibras de vidrio que han sido sometidas a lixiviación según los procedimientos indicados resultan porosas y poseerán una resistencia a la tracción un poco inferior a la de las fibras iniciales, después del estirado. Se ha comprobado de acuerdo con la invención que los poros de las fibras
- 15 - lixivadas son menores que los que se presentan en los vidrios porosos que hayan sido lixivados en forma maciza. Por tal razón y a pesar de la capacidad más débil, el agua queda mejor retenida por las fibras de vidrio poroso que por el vidrio poroso macizo. Se ha comprobado asimismo que las fibras
- 20 - de vidrio poroso retienen aproximadamente un diez por ciento de su peso de agua, tras haber sido calentadas a 150°C. durante varias horas. Gran proporción de este agua residual podría eliminarse mediante un tratamiento más enérgico, como por ejemplo un calentamiento a 175°C. en el vacío. La materia
- 25 - resultante es un poderoso desecante.
- Se ha descubierto, de acuerdo con la invención, que estas fibras de vidrio poroso lixivadas, podrán hacerse más compactas, es decir, podrá re-vitrificarse o transformarse en fibras vitrificadas no porosas por calentamiento a temperaturas muy inferiores a las necesarias para que se convierten
- 30 - en compactos vidrios porosos, similares que se presentan en -

179210

- 10 -



forma maciza. Si este no fuese el caso sería difícil hacer compactas las fibras porosas sin dis-vitrificación superficial ni aglutinación, efectos que debilitarían considerablemente el tejido resultante. Las fibras que contienen el 97% aproximadamente de SiO_2 y el 3% de Al_2O_3 se revitrifican o convierten en no-porosas al ser calentadas durante 10 minutos a 800°C . o durante varias horas a 600°C .

Considerando las nuevas propiedades de dichas fibras de vidrio de debil diámetro en el curso de la lixiviación y del tratamiento de re-vitrificación se ha llegado a comprobar las grandes ventajas de transformar primeramente tales fibras en productos tejidos o no antes de la lixiviación. Las fibras de vidrio fieltreadas o tejidas pueden ser tan fácilmente lixiviadas o re-vitrificadas como las fibras separadas, con lo cual se economiza tiempo, materias y gastos suplementarios.

En la producción del vidrio hilado se suelen revestir las fibras con un lubricante como el aceite, la cera, o cualquier otra materia grasa o untosa, a fin de evitar el desgaste de las fibras en el curso de su hilado y de la confección de los productos tejidos o no. Se ha comprobado, según la invención que este revestimiento no contraría sensiblemente la puesta en práctica del nuevo procedimiento y que tanto la lixiviación como la re-vitrificación podrán efectuarse en presencia del mismo. Pero resulta de ello una indeseable contaminación del baño de lixiviación y a veces es difícil eliminar los residuos de las materias orgánicas sobre las fibras porosas durante el subsiguiente tratamiento térmico, lo que puede acarrear una alteración del color de las fibras acabadas. Suele pues ser preferible eliminar el revestimiento por calentamiento del producto a unos 300°C . o por tratamiento con un solvente antes de la operación de lixiviación. Como anteriormente quedó especificado, la muy

179210

- 11 -



débil temperatura a que puede llevarse a cabo la re-vitrificación de las fibras porosas, a pesar de su elevado contenido en sílice, posibilita la transformación completa de las fibras del producto tratado llevándolas a un estado no poroso, sin que por ello se origine una aglutinación ó una soldadura de las fibras y sin reducción excesiva de la resistencia a la tracción. Eventualmente podrá realizarse de nuevo la lubricación por revestimiento de las fibras o productos re-vitrificados con una materia lubricante, posteriormente a su re-vitrificación.

Las fibras y los productos obtenidos con estas fibras, que de acuerdo con la invención han sido lixiadas y re-vitrificadas, resultan de una textura y de una flexibilidad notables. Los nuevos tejidos son suaves al tacto y desde este punto de vista, pueden compararse con los tejidos de seda ó de algodón.

Merced a su fuerte contenido en sílice, los productos obtenidos presentan igualmente una elevada resistencia al calor, constituyendo un excelente sustitutivo de los tejidos de asbesto. El nuevo tejido de vidrio resulta estable a temperaturas superiores a 400° C. a cuyas temperaturas el asbesto se deshidrata y disgrega. Por consiguiente, el nuevo tejido ofrece grandes ventajas como materia de aislamiento para temperaturas que oscilen entre los 400 a 1.200° C. Otra de las ventajas de este nuevo producto es la de poseer una resistencia eléctrica elevada. Todas estas propiedades combinadas con la más elevada resistencia al calor, hacen que estos nuevos productos estén muy indicados para el aislamiento de hilos y conductores eléctricos empleados en elevadas condiciones de temperatura, por ejemplo, para los devanados de motores eléc-



tricos.

Es deseable para ciertas aplicaciones el suprimir la operación de re-vitrificación y dejar a las fibras en estado poroso. Como se ha comprobado, las fibras porosas poseen una gran capacidad de absorción para los líquidos y los vapores. Así pues las fibras porosas se prestan especialmente para la confección de filtros y en los aparatos de absorción selectiva para la depuración de aire y otros gases.

NOTA

10 - En resumen; la patente recaerá sobre las siguientes reivindicaciones :

1a.- Métodos para fabricar artículos compuestos de fibras de vidrio que consiste en hacer fundir un vidrio a base de silicato, con un contenido en SiO_2 no superior a 75% aproximadamente y comprendiendo un óxido de metal alcalino y por lo menos un óxido adicional de un metal como el berilio, el magnesio, el calcio, el zinc, el estroncio, el cadmio, el bario, el aluminio, el titanio, el circonio y el torio, en transformar el vidrio en fibras de un diámetro no superior a 0.025 mm. aproximadamente y en efectuar la lixiviación de las fibras con un solvente acuoso que presente un pH no superior a 7 para extraer elementos no silíceos y para que quede un residuo poroso de un elevado contenido en sílice.

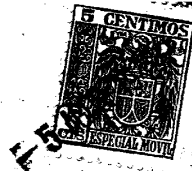
25 - 2a.- Método, según la reivindicación 1a, caracterizado por los puntos siguientes tomados separadamente o en diversas combinaciones :

a) - el tratamiento de lixiviación se aplica a las fibras puestas en forma de fieltros o de tejidos;

30 - b) - las fibras lixivadas y porosas son tratadas a una temperatura suficiente para producir su re-vitrifica-

179210

- 13 -



ción, pero insuficiente para originar la aglutinación de -
estas fibras;

c) - las fibras sometidas a la lixiviación están
constituídas por un vidrio a base de boro-silicato;

5 - d) - las fibras sometidas a la lixiviación están
constituídas por un vidrio a base de boro-silicato que pre-
senta un contenido en SiO_2 v no superior al 56% aproxima-
mente, un contenido total en óxido del segundo grupo no su-
perior al 22% aproximadamente, un contenido en Al_2O_3 no in-
10 - ferior al 12% aproximadamente y por lo menos un 5% de B_2O_3 .

e) - se hace fundir un vidrio compuesto de sílice,
de óxido de un metal alcalino y de óxido de circonio, cuyo
contenido total en óxido de metal alcalino no sea inferior
al 25% aproximadamente y el contenido en óxido de circonio
15 - superior al 15% aproximadamente.

3ª.- Método caracterizado por los siguientes puntos:

a) - fibras de vidrio presentando un contenido en
 SiO_2 superior al 80% y conteniendo un óxido de metal refrac-
tario elegido de entre la clase : Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 y ThO_2 .

20 - b) - fibras de vidrio que presentan un contenido
en SiO_2 de aproximadamente el 97% en Al_2O_3 de aproximadamen-
te el 3%, un contenido en B_2O_3 inferior a 0.05% y un conte-
nido en óxido de metal alcalino inferior a 0.05%.

c) - fibras de vidrio constituídas por sílice y -
25 - cuyo contenido en ZrO_2 no es superior al 20%.

d) - fibras de vidrio que presentan un contenido
en SiO_2 de aproximadamente el 88%, en ZrO_2 de aproxima-
mente el 12% y un contenido en óxido de metal alcalino in-
ferior al 1%.

30 - e) - fibras de vidrio cuyo contenido es del 88% -

179210 - 14 -



en SiO_2 , el 12% en ZrO_2 y el 25% en Na_2O aproximadamente.

f) - los productos tales como hilos, tejidos, filtros, etc., obtenidos por medio de las fibras según cualquiera de las reivindicaciones precedentes.

5 - 4a.- "METODO PARA FABRICAR ARTICULOS COMPUESTOS DE FIBRAS DE VIDRIO"

Según se describe en la presente memoria, que consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola cara..

Madrid, 5 de Agosto de 1947

P.P.

10 -