



254520

P A T E N T E
D E
I N T R O D U C C I O N

a favor de Don Angel HERNANDEZ LOPEZ, de nacionalidad española, residente en Barcelona, calle Farigola, 20, por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PAPEL DE MICA RESISTENTE AL AGUA".

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de papel de mica resistente al agua y de tenacidad elevada.

Es ya conocida la fabricación de papel de mica en hojas, dadas las excelentes propiedades eléctricas que el mismo presenta mientras se mantiene inerte a temperaturas elevadas. Sin embargo, no es menos conocida la falta de tenacidad de dicho material y la agravante de que el mismo se disgrega completamente cuando se pone en contacto con el agua.



254520

Siguiendo el procedimiento de preparación objeto de la invención, se solventa por completo dicho inconveniente, ya que se logra obtener un papel de mica de excepcionales condiciones de resistencia a la tracción,

5. al desgarrar y la fricción, todo ello unido a que el mismo no se disgrega en absoluto cuando se pone en contacto con el agua.

Para ello, y de acuerdo con dicho procedimiento, se procede a tratar el papel de mica por medio de un clorosilano o mezcla de clorosilanos de fórmula general:

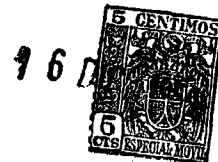
- 10.



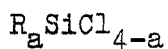
en la que R indica un radican hidrocarbonado univalente y a un número comprendido entre 0,8 y 1,9. Se puede designar a R un alcoholilo (metilo, etilo, propilo, butilo, octilo, etc.); un arilo (fenilo, naftilo, bifenilo, toli-
15. lo, etilefenilo, etc.); un aralcoholilo (bencilo, feniletilo, etc.); un alcoholilo substituído (clorometilo, beta-cloro-
etilo, etc.); un arilo substituído (clorofenilo, diclorofenilo, etc.).

20. Por su parte, los clorosilanos según la fórmula (I) son bien conocidos, y pueden comprender entre otros, el metilclorosilano, el etiletriclorsilano, el beta-cloroetiltriclorsilano, el naftiltriclorsilano, etc., siendo preferentemente utilizado el metiltriclorsilano, que muestra las mejores características. Evidentemente, pueden utilizarse mezclas de clorosilanos toda
25. vez que la composición media de la mezcla se ajusta a la fórmula (I). Particularmente, pueden escogerse mezclas de

254520



por lo menos dos compuestos que responden a la fórmula.



en la que R es el radical antes mencionado, y a designa uno de los números 0 a 3.

5. El procedimiento se lleva a la práctica preparando inicialmente el papel de mica mediante partículas de mica aglomeradas por cualquier sistema conocido y poniendo luego éste en contacto con los clorosilanos de la fórmula (I) por inmersión de la hoja, o bien sometiendo
10. el papel de mica a los vapores de los clorosilanos. En los dos casos, las proporciones relativas del papel de mica y de los clorosilanos no tienen importancia alguna, toda vez que solamente una pequeña fracción de los clorosilanos reacciona con el papel.
15. Cuando se opera por inmersión, sólo es preciso que se utilice suficiente cantidad de clorosilanos para permitir la inmersión total del papel. Cuando se opera por tratamiento con los vapores, es preferible trabajar -en el punto de ebullición del clorosilano, asegurándose así que haya bastante clorosilano puesto en contacto
20. con la superficie del papel de mica y condensándose una parte de los vapores sobre la superficie de aquel papel para reaccionar.
La duración del tratamiento queda limitada a
25. unos segundos si se opera con vapor y el tiempo necesario para la inmersión y extracción de la hoja, en el caso de seguir el procedimiento de inmersión.

Después de puesto en contacto el clorosilano

254520 16



con la hoja de papel de mica, se elimina la cantidad del primero que no haya reaccionado, ya sea por evaporación a la temperatura ambiente, ya por calentamiento de la hoja tratada por encima del punto de ebullición del clorosilano y durante todo el tiempo que sea preciso para asegurar la evaporación completa de todos los componentes volátiles.

5. Es evidente, por tanto, que la temperatura de evaporación varía de acuerdo con la composición del clorosilano. Así, por ejemplo, para una mezcla de dimetilclorosilano y de metiltriclorosilano, el punto de ebullición es de 65 a 70° C., y entonces es preferible llevar a cabo la evaporación a unos 100° C. Si, por ejemplo, la mezcla de clorosilanos contiene radicales arilos unidos a los átomos de silicio, el punto de ebullición de la mezcla es superior, alcanzando a los 150° C. y, en este caso, es preferible evaporar los productos volátiles hacia los 200° C., o más.

10. Para mejor comprensión de cuanto queda expuesto, se detallan a continuación algunos ejemplos ilustrativos del procedimiento de la invención.

15. En todos ellos se ha utilizado un papel de mica constituido por escamas de mica moscovita calcinada alrededor de 10 minutos hacia 800° C. Se ha puesto entonces esta mica en agua para constituir un caldo con un 1% de mica en polvo. Se ha agitado entonces violentamente el caldo para desintegrar la mica y luego se han separado las partículas más finas y las más groseras, para cons-

254520¹⁶D

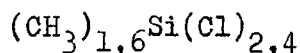


tituir el papel de mica con las partículas restantes, siguiendo la técnica corriente. A continuación se han calentado las hojas de mica hacia unos 150°C. para secarlas y se ha obtenido un papel de mica uniforme, con reflejos metálicos.

5.

EJEMPLO I.- De una gran hoja de mica que tenía 50 micras de espesor, se han cortado unas probetas, algunas de las cuales han sido tratadas mediante una mezcla de dimetilclorosilano que tiene por composición media:

10.



Algunas probetas han sido sumergidas en la mezcla líquida, mientras que las otras han sido suspendidas en el seno de vapor del producto en ebullición hacia 65 a 70°C., durante 30 segundos, poco más o menos. Las probetas tratadas han sido calentadas alrededor de 30 segundos en una estufa, para evaporar los productos volátiles que no han reaccionado. Entonces se midió la resistencia a la tracción y las características eléctricas de los papeles tratados y no tratados. Estos últimos tienen una carga de ruptura de alrededor de 140 kg/cm², mientras que los tratados alcanzaron alrededor de los 280 kg/cm². La rigidez dieléctrica es prácticamente la misma, alrededor de 1 kV para 25 micras de espesor, siendo la resistividad en corriente continua de alrededor de 10¹⁰ ohms por cm. bajo 500 V. El papel no tratado se desintegra completamente en algunos segundos en una corriente de agua, mientras que los papeles tratados permanecen completamente insensibles, incluso

15.

20.

25.



254520

cuando se les sumerge en el agua.

5. EJEMPLO II.- Se sumerge un papel de mica alrededor de 0,1 mm de espesor durante alrededor de 4 segundos en el metiltriclorosilano, luego se eliminan del mismo los productos volátiles en 1 minuto estufa a 110°C. La resistencia a la tracción es caso el doble de la hoja análoga no tratada y la tratada permanece inalterable a la inmersión en agua.

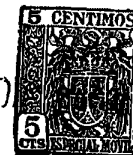
10. EJEMPLO III.- Se trabaja como en el ejemplo II, por inmersión en el feniltriclorosilano. Después de eliminar los productos volátiles hacia 200°C., la resistencia a la tracción es alrededor de 1,5 veces superior a la del apepl no tratado. Además, el tratamiento hace al producto completamente insensible al agua.

15. EJEMPLO IV.- Tratamiento por clorosilanos no comprendidos en la fórmula (I).

20. Se tratan hojas de mica de 0,1 mm de espesor, respectivamente mediante el trimetilclorosilano, el difenildiclorosilano y el tetraclorosilano, como en el ejemplo II; después del calentamiento, las hojas tratadas no habían sufrido mejora alguna de la resistencia a la tracción y a la humedad.

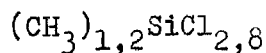
EJEMPLO V.- Tratamiento por una mezcla de dos clorosilanos individualmente inactivos.

25. Se opera como en el ejemplo II, tratando el apepl de mica de 0,1 mm. de espesor mediante una mezcla de tretracloruro de silicio y de trimetilclorosilano correspondiente a la fórmula



7 5 0

254520



El tratamiento duplica por lo menos la resistencia a la tracción e impide la desintegración en el agua.

EJEMPLO VI.- La mezcla de composición media



está constituida por feniltriclorosilano, tetracloruro de silicio, dimetildiclorosilano, metiltriclorosilano y difenildiclorosilano. El tratamiento eleva la resistencia a la tracción alrededor de un 70% e impide la desintegración por inmersión en el agua.

10.

EJEMPLO VII.- Operando como en el ejemplo 1,

se trata unahoja de mica alrededor de 0,1 mm. de espesor mediante la mezcla de dimetildiclorosilano y de metiltriclorosilano con una composición media



El tratamiento eleva a más del doble la resistencia a la tracción e impide la desintegración en el agua.

EJEMPLO VIII.- Tratamiento del papel de mica

"titanado".

20. De una hoja de papel de alrededor de 50 micras de espesor se cortan unas probetas que se han "titanado" tratando una parte ponderal del papel por 180 partes de una solución bencénica con 22% en peso de tetrabutiltitanao, durante alrededor de 15 a 30 segundos. Se han expuesto estas hojas al vapor de agua saturado en un recinto cerrado, durante alrededor de 24 horas, luego se los ha comprimido 1 minuto a 200°C., bajo una presión de 35 Kg/cm².
25. Varias hojas "titanadas" han sido tratadas por la mezcla



16 D

254520

de dimetildiclorosilano y metiltriclorosilano mencionada en el ejemplo I. A tal efecto, se han sumergido dichas hojas en la mezcla líquida, luego se han calentado hacia 120° C, para evaporar los productos voláticos. La

9

5. hoja no tratada ni "titanada" tenía una resistencia de alrededor de 112 Kg/cm², ala "titanada", alrededor de 280 kg/cm² y la "titanada" y tratada por la mezcla de clorosilano, alrededor de 294 kg/cm². Solamente las probetas "titanadas" y luego tratadas no son afectadas del todo por la inmersión en agua.
- 10.

EJEMPLO IX.- En 4 partes de ebenceno se disuelve la misma mezcla que la del ejemplo I, y luego se sumerge alrededor de 10 segundos un papel de mica de 0,1 mm. de espesor, antes de calentarlo alrededor de 2 minutos a 120° C. La resistencia a la tracción de la hoja tratada sobrepasa en alrededor de un 60% a la de la hoja no tratada, y hace a la hoja tratada insensible a la inmersión en agua.

15.

20. Como se deduce de los dicho, especialmente de la consideración del ejemplo IX, los clorosilanos o mezclas de los mismos pueden aplicarse ya sea solos o disueltos en disolventes apropiados, sin que ello reste efecto a los mismos en cuanto al tratamiento. Sin embargo, en este último caso de aplicación, se presenta únicamente la fase de evaporación de dichos disolventes después del tratamiento.
- 25.

Es evidente que los ejemplo citados pueden variar en múltiples fases, llevándose a cabo el tratamiento del papel de mica por cualquier sistema apropiado que lle-

254520' 6 DIC



ve al contacto del mismo con los clorosilanos y que no sea precisamente la inmersión o contacto con vapor citados, De igual forma, el papel de mica tratado puede ser obtenido por cualquier proceso normal y en sí conocido, sin alterar por ello la esencialidad de la invención.

5.

Se comprende, por tanto, que serán independientes del objeto de la invención los sistemas utilizados para el tratamiento, aparatos o dispositivos en que se lleve a cabo el mismo tipo de papeles de mica tratados, aplicaciones ulteriores de los mismos y, en general, todos cuantos detalles accesorios pueden presentarse, siempre que no aparten al conjunto de su esencialidad.

10.

- . -

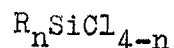
N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente de introducción:

15.

1. Procedimiento para la preparación de papel de mica resistente al agua que consiste esencialmente en tratar dicho papel de mica, obtenida por un procedimiento cualquiera, mediante clorosilano de fórmula general

20.



en la que R indica un radical hidrocarbonado univalente (alcohilo, arilo o arilalcohilo) y n un número comprendido entre 0,8 y 1,9, llevando a cabo dicho tratamiento me-

254520



diente clorosilanos puros o mezclas de los mismos, ya sea en fase líquida o en fase vapor.

5. 2. Procedimiento para la preparación de papel de mica resistente al agua, según la reivindicación anterior, que se caracteriza por el hecho de que el tratamiento con los clorosilanos en fase líquida se lleva a cabo por inmersión de las hojas de papel de mica en los mismos durante el tiempo preciso para su impregnación.
10. 3. Procedimiento para la preparación de papel de mica resistente al agua, según la reivindicación 1, que se caracteriza por el hecho de que el tratamiento con los clorosilanos en fase vapor se lleva a cabo por disposición de las hojas de papel de mica en el seno del vapor de los clorosilanos puestos en ebullición, de tal forma
15. que, aparte el contacto de los mismos con la superficie de aquel papel, se condense en dicha superficie una parte de aquellos clorosilanos y se realice la impregnación.
20. 4. Procedimiento para la preparación de papel de mica resistente al agua, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que eventualmente puede utilizarse un disolvente para la mezcla de clorosilanos, cuyo disolvente es eliminado después del tratamiento por disposición del papel impregnado a la temperatura apropiada para la evaporación de aquel disolvente.
25. 5. Procedimiento para la preparación de papel de mica resistente al agua, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el papel de mica es previamente tratado mediante un ortotitanato de alcohilo, que se



254520

hidroliza in situ y que se calienta para evaporar los productos de la hidrólisis, antes de hacer reaccionar los clorosilados.

6. Procedimiento para la preparación de papel de mica resistente al agua.
- 5.

La presente memoria descriptiva consta de once hojas foliadas, escritas a máquina por una sola cara,

Barcelona, a 16 de diciembre de 1959

Angel HERNANDEZ LOPEZ

p.s.