

Nº 61.596  
U.S. Serial Nº 227.586  
Case DC 960

4/3  
31 JUL 1963



287819

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud  
de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 8 de Mayo de 1963, con el número 287.819

en

E S P A Ñ A

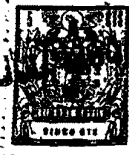
por VEINTE años

a nombre de DOW CORNING CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en Midland, Michigan, Estados Unidos de América, por:

"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN ARTICULO DE MANUFACTURA"

Este invento se refiere a un método para la fabricación de láminas partiendo de partículas laminables y un aglutinante de silicóna.

5 Se conocen ya las excelentes propiedades térmicas y eléctricas de los artículos moldeados de vidrio y asbesto impregnados de resina de silicóna. Hasta ahora han encontrado muchas aplicaciones en la industria eléctrica y en muchos usos estructurales. Es también sabido que los artículos moldeados de silicóna son caros, habiendo esto  
10 restringido su empleo, a pesar de sus propiedades excelen



tes. Una razón del precio elevado de dichos artículos moldeados es el hecho de que, hasta ahora, se han venido fabricando por impregnación de materiales en forma de partículas, o tejidos, con una solución en disolvente orgánico de un organopolisiloxano que ha sufrido muchas operaciones con el fin de darle una forma considerada conveniente para moldeo. Este tratamiento caro aumenta el coste de la resina.

Otra razón del coste elevado de los artículos moldeados impregnados con silicona ha sido el tratamiento adicional que se necesita por el empleo de sistemas disolventes orgánicos. Esto significa que las fibras impregnadas eran extraordinariamente pegajosas y difíciles de manejar, a menos que se curaran parcialmente eliminando el disolvente de la silicona. Esto exigía preparar primeramente el papel, impregnarlo luego en una solución disolvente de la silicona, y eliminar luego las materias volátiles del papel impregnado con silicona mediante un aparato de calefacción. Unicamente entonces podría estar la silicona en un estado no adhesivo, parcialmente curado y de fácil manejo. Esta operación adicional de impregnación aumentaba el coste total operatorio.

Con anterioridad a este invento no se conocía la manera de preparar papel impregnado con silicona sobre una máquina de fabricación de papel ordinaria, tal como por ejemplo, las máquinas de cilindro o "fourdrinier" con un elevado contenido de resina. En realidad, se consideraba imposible hacer esto, a causa de la pegajosidad bien conocida de las resinas de silicona sin curar. Se decía que ésto ocasionaría la aglomeración de las fibras en el



equipo y que impediría la laminación del papel sobre los cilindros o sobre las telas metálicas.

Este invento introduce un modo de empleo de resinas de silicona en el procedimiento comercial de fabricación de papel y, de esta manera, ha proporcionado un procedimiento nuevo y económico para producir papel impregnado con silicona que puede moldearse después obteniéndose artículos de cualquier forma y espesor que se desee. Este método puede emplearse en máquinas de fabricación de papel ordinarias, disminuyendo así considerablemente el costo de los artículos moldeados de silicona.

Un objeto de este invento es desarrollar un procedimiento para preparar papel empleando un aglutinante de silicona. Otro objeto es desarrollar un procedimiento tal que no exija emplear un disolvente orgánico. En particular, un objeto es desarrollar un procedimiento para preparar un papel de asbesto-silicona. Otro objeto adicional es desarrollar un procedimiento para preparar tubos estructurales, en particular tubos de asbesto-silicona.

Estos objetos se consiguen: (1) mezclando un material laminable en forma de partículas con una solución acuosa de una composición organosilícica, estando constituida esencialmente dicha composición organosilícica por 70-100 moles % de unidades  $C_6H_5Si=$ , seleccionándose esencialmente la totalidad de las unidades organosililo restantes del grupo constituido por unidades  $(C_6H_5)(CH_3)Si=$  y  $(CH_3)_2Si=$ , estando satisfechas esencialmente la totalidad de las restantes valencias de los átomos de silicio de dicha composición por átomos de oxígeno presentes como grupos OH, enlaces  $SiOSi$ , o ambas cosas, siendo el pH de

287819



la solución acuosa, por lo menos durante una parte sustan-  
cial del período de contacto con las partículas lamina-  
bles tal que por lo menos 5 % en peso, basado sobre el pe-  
so de las partículas laminables de la composición organo-  
5 silícica en la solución se deposite sobre las partículas  
laminables, (2) dejando en reposo dichas partículas reve-  
tidas, sin agitar, durante un tiempo suficiente, de modo  
que no coagularán al agitarlas y, posteriormente, (3) se-  
parando las partículas del agua de tal manera que se unan  
10 entre sí formando una lámina.

La solución acuosa de la composición organosilíci-  
ca puede prepararse por cualquier procedimiento convenien-  
te. El método óptimo para preparar esta solución organosi-  
lícica consiste en mezclar el metoxisilano apropiado con  
15 más de un mol de agua por cada mol de grupo metoxi con-  
tenido en el silano. Preferiblemente, la cantidad de agua  
es de 40 o más moles de agua por cada mol de grupo metoxi  
contenido en el silano. La mezcla se agita luego hasta que  
se obtiene una solución homogénea. La solución puede di-  
20 luirse con agua para obtener la concentración deseada de  
las composiciones organosilícicas. Para facilitar la hi-  
drólisis de los metoxisilanos, conviene emplear un catali-  
zador de hidrólisis suave, tal como un ácido, por ejemplo  
acético, propiónico, o análogo. En general, basta emplear,  
25 aproximadamente, 0,1 % de ácido basado sobre el peso del  
agua.

Puede prepararse también la solución acuosa por  
hidrólisis de cualquier silano hidrolizable correspondien-  
te, por ejemplo, otro alcoxisilano, tal como etoxisilanos  
30 o isopropoxisilanos, o los correspondientes acetoxisila-

287819



nos. En este último caso, suele ser conveniente amorti-  
guar la solución de hidrolizado para rebajar su acidez.  
Esta solución acuosa de composición organosilícica puede  
prepararse también por otros métodos.

5 Las composiciones organosilícicas contenidas en  
esta solución acuosa son organosilanoles u organosiloxano  
les que son solubles en agua. Son solubles también en mez-  
clas de agua con disolventes miscibles en agua, por ejem-  
plo, metanol, etanol, dioxano, etc. El grado de condense-  
10 ción del compuesto organosilícico en solución acuosa es  
muy bajo. Debido al bajo grado de condensación, la mayor  
parte de la polimerización del siloxano tiene lugar des-  
pués de haberse aplicado a las partículas laminables.

De 70 a 100 moles % de las unidades organosililo  
15 contenidas en la composición organosilícica son de la  
fórmula unidad  $(C_6H_5)Si =$ . Esencialmente la totalidad de  
las restantes valencias del silicio en la fórmula están  
satisfechas por átomos de oxígeno. De 0 a 30 moles % de  
las unidades organosililo son de la fórmula  $(C_6H_5)(CH_3)$   
20  $Si =$  o de la fórmula  $(CH_3)_2Si =$ . Las restantes valencias  
del silicio están satisfechas también en estas fórmulas  
por átomos de oxígeno. Los átomos de oxígeno de la compo-  
sición organosilícica están presentes en forma de enlace  
 $= SiOSi =$  y en radicales hidroxilo unidos por silicio.  
25 Cuando se desea un elevado grado de flexibilidad en las  
láminas, es preferible incorporar hasta 30 moles % de  
las unidades  $(C_6H_5)(CH_3)Si =$  o  $(CH_3)_2Si =$ . Las lámi-  
nas obtenidas a partir de 100 moles % de unidades  $(C_6H_5)$   
 $Si =$  son algo menos flexibles y, por consiguiente, son  
30 muy útiles para miembros estructurales.

287819



Si se quiere incorporar más de 30 moles % de composiciones diorganosililo en el material laminar, puede hacerse ésto revistiendo primeramente las partículas que se quieren laminar, con un fenilmetilsiloxanol de bajo peso molecular y, posteriormente, poniendo en contacto las partículas o fibras revestidas con la solución acuosa de este invento. Mediante este método, pueden obtenerse láminas curadas que son incluso más flexibles que las que se obtienen al incorporar 30 moles % de  $(\text{CH}_3)_2\text{Si} = \text{o} (\text{C}_6\text{H}_5)$   $(\text{CH}_3)_3\text{Si} =$  en la solución acuosa según se ha indicado arriba. Revistiendo primeramente las partículas con fenilmetilsiloxano, pueden obtenerse láminas o papel que contengan hasta 60 moles % de diorganosiloxano.

Son partículas laminables aquellas partículas que son adecuadas para la fabricación de láminas. Estas partículas pueden ser fibrosas, en escamas o bien de otros tipos de partículas pequeñas. Pueden emplearse partículas laminables inorgánicas, tal como escamas de mica, aluminio en escamas, fibras de asbesto, fibras de vidrio y fibras de cuarzo. Pueden emplearse partículas laminables orgánicas, tal como fibras poliamídicas sintéticas, copolímeros de tereftalato de dimetilo-etilenoglicol, polímeros de acrilonitrilo y pulpa de alfa-celulosa. Como es lógico, el espesor de las láminas depende del diámetro de las partículas laminables y de las variables operatorias. La longitud de las partículas laminables puede estar comprendida entre 0,0254 y 2,54 cm., aproximadamente. Como el procedimiento de este invento se práctica con la máxima eficiencia sobre una máquina de papel, es preferible emplear fibras que tengan una longitud menor que 0,62 cm.

287819



Las fibras más largas tienden a atascar la operación de alimentación de la máquina de papel. Las partículas laminables preferidas son las fibras, particularmente fibras de asbesto.

5           El procedimiento de este invento puede ponerse en práctica mediante contacto de las partículas laminables con la solución acuosa de una composición organosilícica anteriormente definida. Es preferible preparar primeramente la solución homogénea de la composición organosilícica y  
10   añadir luego esta solución sobre una papilla de las partículas laminables. Sin embargo, pueden añadirse directamente las fibras sobre la solución homogénea y añadir más agua, si se desea. O bien, puede prepararse la solución homogénea in situ añadiendo los silanos directamente sobre una papilla de las partículas laminables con agitación suficiente y catalizador para conseguir la solución homogénea.  
15

          La concentración de compuesto organosilícico en la solución no es crítica, a condición de que haya disuelto suficiente compuesto para depositar por lo menos 5% en peso de siloxano sobre las partículas laminables. En la práctica, la solución de silicona y los materiales laminables se mezclan en un recipiente adecuado, se ajusta el pH para provocar la depositación del siloxano, y se dejan en  
20   reposo las partículas revestidas hasta que ya no se coagulan al agitar. Luego puede redispersarse la papilla y diluirse nuevamente, si se desea, y después se coloca sobre el tamiz de una máquina "fourdrinier" o sobre el cilindro de tamizado de una máquina de cilindros. El agua se elimina sobre estos tamices, dando al material la forma de una  
25  
30



lámina por cualquier procedimiento corriente.

Al realizar estas diversas operaciones, la concentración de compuesto organosilícico total y material laminable en la papilla puede estar comprendida entre 1 y 10 % o más durante la operación de depositación. En general, la papilla se diluye hasta una concentración de 1 % o menos del total de compuesto organosilícico y partículas laminables antes de colocarla sobre el tamiz de la máquina de cilindros o la "Fourdrinier".

En el procedimiento de este invento, la cantidad de siloxano depositado sobre las partículas de carga puede variar dentro de amplios límites. Cuando el papel ha de emplearse para la fabricación de artículos laminados, la absorción total de siloxano debe ser por lo menos 15 % en peso del material laminable. La cantidad óptima varía según sea la naturaleza de la carga. Por ejemplo, con materiales relativamente gruesos, tal como fibras de vidrio o escamas de mica, la cantidad óptima es de 35 a 40 %, aproximadamente, mientras que, con los materiales más finos, por ejemplo fibras de asbesto, la máxima absorción está comprendida entre los límites de 50 a 150 % del peso del asbesto.

El pH de la solución acuosa, al menos durante una parte sustancial del período de contacto con las partículas laminables, debe ser tal que, por lo menos una parte sustancial de la composición organosilícica contenida en la solución se deposite sobre las partículas laminables. El pH exacto requerido depende de varios factores, tales como la composición organosilícica empleada, la concentración de partículas y sólidos organosilícicos, el tipo



da partícula laminable y el tiempo que se dedique a reali-  
zar esta operación. Es preciso emplear un período de con-  
tacto más prolongado si el pH está por debajo de 6,5 que  
con un pH más alto. En general, cuanto más alto es el pH,  
5 menos tiempo se necesita para conseguir la absorción deseada. El procedimiento es más eficaz a mayor pH, porque se depositan más sólidos organosilícicos sobre las partículas. Si queda cualquiera de los sólidos organosilícicos en la solución después de haberse separado de las parti-  
10 culas laminables, puede volver a utilizarse la solución acuosa. Si es necesario, puede añadirse una cantidad adicional de silanos a la solución para conseguir la concentración deseada de sólidos organosilícicos.

En general, se prefiere un pH por encima de 7,5.  
15 Para operaciones industriales, conviene un pH comprendido entre 8 y 9. Como la solución homogénea suele ser ligeramente ácida, es necesario en general añadir álcali para aumentar el pH hasta el punto deseado. Cuando se emplean fibras de asbesto sin tratar, no es necesario generalmen-  
20 te añadir álcali adicional, a causa de que el álcali separado de las fibras de asbesto por lixiviación suele ser suficiente. Cuando se emplean fibras de asbesto sin tratar, sin adición de álcali, el pH de la solución aumenta gradualmente a medida que el álcali es eliminado del as-  
25 besto por lixiviación. En este caso, no se consigue el pH necesario para la depositación de las fibras hasta que se está cerca del final del período de contacto. Puede añadirse álcali adicional si se desea una depositación más rápida.

30 Es esencial que las partículas y la solución no

287819



se agiten durante la etapa en que las partículas lamina-  
bles se coagulan por agitación. Dicho con otras palabras,  
no deben agitarse las partículas revestidas hasta que el  
revestimiento organosilícico sobre las partículas ha lle-  
gado a una etapa no coalescente. Esta etapa comienza gene-  
ralmente después de que se ha depositado sobre las fibras  
una porción sustancial de los sólidos organosilícicos. La  
duración de esta etapa depende de la rapidez de condensa-  
ción de los sólidos organosilícicos. Si se agita durante  
la etapa de coalescencia, las fibras coagulan formando  
una masa que es extraordinariamente difícil o imposible  
de extender en forma de una lámina. Una vez que los sólidos  
organosilícicos han alcanzado la etapa no coalescente,  
pueden agitarse, si se desea. Un ensayo sencillo para de-  
terminar cuándo han alcanzado las partículas revestidas  
con organosilicio la etapa de no coagulación consiste en  
retirar una pequeña muestra de la papilla y agitarla y  
observar la acción de las partículas. Si se pegan entre  
sí formando grumos en lugar de dispersarse uniformemente,  
hay que dejar en reposo durante más tiempo la papilla con  
el fin de dar lugar a que la composición organosilícica  
alcance la etapa no coalescente. Si la muestra de ensayo  
se dispersa al agitar sin formar grupos, las partículas  
están listas para laminado. Generalmente conviene la agi-  
tación en esta etapa con el fin de redispersar las fibras  
con anterioridad a la formación de la lámina.

Para preparar el material laminado, es necesario  
separar las partículas de la solución acuosa de manera  
que se unan entre sí las partículas para formar una lámi-  
na. Esto puede conseguirse en una máquina de laminado a

287819



F

mano depositando la solución y las fibras sobre el tamiz de alambre y dejando que la solución escurra a través de dicho tamiz. Puede emplearse un vacío parcial con el fin de ayudar a la eliminación de líquido y la formación de la lámina.

5

Sin embargo, el método óptimo para preparar láminas es en una máquina de papel industrial tal como las del tipo de cilindro o "fourdrinier". Sobre máquinas del tipo "fourdrinier" la solución y las fibras se mueven uniformemente sobre la superficie de una correa sin fin en movimiento de tela metálica a través de la cual escurre el exceso de líquido. Una parte del líquido escurre por gravedad, otra parte se elimina por succión, y el resto se elimina aplicando presión. También pueden prepararse láminas sobre una máquina de papel de cilindros, añadiendo la solución y las fibras al tanque y absorbiéndose sobre la tela metálica del cilindro, eliminándose el líquido por el centro del cilindro. Lo mismo sobre la máquina de papel de cilindros que sobre la "fourdrinier", las láminas pasan entre rodillos de presión para escurrir más agua y consolidar las láminas. Esto se consigue normalmente haciendo pasar el papel desde el tamiz de tela metálica por prensas de fieltro. En esta etapa, la lámina contiene normalmente 20 % de agua, aproximadamente. El resto del agua se elimina haciendo pasar la lámina a través de rodillos de secado o de una estufa de secado. Las láminas pueden variar entre las láminas ultradelgadas, uniformes y películas más delgadas que el papel de seda hasta películas y láminas opacas relativamente gruesas.

10

15

20

25

30

El procedimiento de este invento es especialmente

287819



útil para fabricar tubos. Estos tubos pueden prepararse con papel húmedo o seco, según se desee, es decir, la lámina puede sacarse directamente de las prensas de fieltro y enrollarse sobre un mandril calentado para eliminar el

5 agua y consolidar las diversas capas en una operación. O bien, puede secarse primeramente el papel sobre los rodillos o la estufa de secado antes de envolver sobre el mandril. Estos tubos pueden ser de cualquier forma y espesor que se desee, y se les puede dar forma mediante un procedimiento continuo haciendo pasar directamente el papel

10 desde la máquina de papel sobre un mandril formador de tubos. Las fibras de asbesto son especialmente útiles en la preparación de dichos tubos, que son particularmente prácticos como núcleos en transformadores de tipo seco.

15 Las láminas preparadas de acuerdo con este invento pueden moldearse a presión juntamente para dar laminados. Las propiedades de los laminados se suelen mejorar someténdolos a una vulcanización adicional después del moldeo. Estos laminados son especialmente útiles para

20 aislamiento térmico y eléctrico. Las láminas pueden cortarse al tamaño adecuado y luego moldearse por prensado para obtener un artículo moldeado que es también útil como aislamiento térmico y eléctrico. Las láminas que contienen una elevada proporción de fenilmetilsiloxano y/o dimetilsiloxano pueden emplearse como cintas aislantes eléctricas.

25

Los ejemplos siguientes son de carácter únicamente ilustrativo pero no limitativo del invento, que está convenientemente delimitado por las reivindicaciones que

30 figuran al final.

287819



A menos que se indique otra cosa, el post-curado se obtuvo calentando la muestra durante 16 horas a 90° C. y aumentando la temperatura a razón de 16° C. por hora hasta llegar a los 250° C. La temperatura se mantuvo en 250° C. durante el tiempo que se indica en los ejemplos. La resistencia a la flexión se midió de acuerdo con la norma ASTM D-790. La resistividad de superficie y de volumen se midieron según la norma ASTM D-257-58. La resistencia dieléctrica se midió de acuerdo con la norma ASTM D-149-59. Las constantes dieléctricas y los factores de disipación se determinaron de acuerdo con la norma ASTM 150-54T. La condición A indica que la muestra se ensayó según se preparó, y la condición D indica que, antes de ensayar la muestra, se introdujo en agua a una temperatura y durante un tiempo determinado según se indica.

#### Ejemplo 1

Se añadió monofeniltrimetoxisilano (600 gr.) sobre 165 gr. de agua que contenía 0,3 gr. de ácido acético. Después de 30 minutos de agitación, la solución se hizo homogénea. Se hizo una papilla en 18,9 litros de agua, con fibras de asbesto crisotilo de Canadá (190 gr.). Se añadió la solución homogénea anterior (555 gr.) sobre la papilla de asbesto y se dejó en reposo durante 18 horas, siendo el pH del agua 7,9. Las fibras permanecieron suspendidas y los sólidos organosilícicos se depositaron sobre las fibras. Se redispersaron las fibras revestidas, mediante agitación, y la dispersión se filtró a través de una tela de vidrio tratada con alcohol polivinílico, que se colocó sobre el tamiz en una máquina de hacer hojas de

287819



papel a mano. El papel de silicón-asbesto formado de esta manera se prensó luego entre papel secante. Se moldearon por presión juntamente varias láminas del papel (20,32 x 20,32 cm.) para formar un laminado, a 35,15 kg./cm<sup>2</sup>, a 175° C., durante 2 horas. El laminado se sometió después a post-curado durante 4 horas a 250° C. El espesor del laminado era de 0,16 cm. y era fuerte y bien consolidado. Este laminado tenía una resistencia promedio a la flexión de 939,7 kg./cm<sup>2</sup> a la temperatura ambiente y 665 kg./cm<sup>2</sup> a 260° C.

#### Ejemplo 2

Se añadió monofeniltrimetoxisilano (400 gr.) sobre 11,4 litros de agua que contenían 3 gr. de ácido acético, y se agitó la solución hasta que se hizo homogénea. Se añadieron a la solución fibras de asbesto crisotilo de Canadá (390 gr.). Se dejó en reposo la papilla durante 18 horas, en cuyo tiempo los sólidos organosilícicos se habían depositado sobre las fibras de asbesto. La papilla tenía un pH de 8,5. Se agitó la papilla y luego se filtró para formar un papel, eliminándose el agua mediante vacío parcial. El papel se secó durante 16 horas a 90° C. En la porción filtrada de la papilla no había sólidos. El papel contenía 40 % de sólidos organosilícicos. Se moldearon por presión varias láminas de papel entre sí para formar un laminado a 210 kg./cm<sup>2</sup>. a 175° C. durante 1 hora y se post-curaron durante 18 horas a 250° C. Se aumentó la temperatura desde 90° C. a 250° C. a razón de 5° C. por cada 2 horas. El laminado tenía un espesor de 1,27 cm. y una resistencia a la flexión a temperatura ambiente de 632,7

287819



kg./cm<sup>2</sup> y de 246,05 kg/cm<sup>2</sup> a 260<sup>o</sup> C.

### Ejemplo 3

5 Este Ejemplo demuestra el efecto del envejecimien  
to en anaquel del papel antes de la fabricación de un la-  
minado. Se hizo una papilla de fibras de asbesto crisotil-  
lo de Canadá (250 gr.) en 11,4 litros de agua. Se añadió  
monofeniltrimetoxisilano (557 gr.) sobre 161 gr. de agua  
que contenía 3 gr. de ácido acético. Se añadió una por-  
10 ción de 200 gr. de esta solución homogénea sobre 1,9 li-  
tros de agua y se trató con cristales de KOH hasta que la  
solución era ligeramente alcalina frente al papel de tor-  
nasol. Esta solución se añadió sobre la papilla de asbes-  
to, agitando. Se repitió este procedimiento con dos por-  
15 ciones adicionales de la solución homogénea resultando un  
total de 588 gr. de la solución homogénea añadidos a la  
papilla de asbesto, con lo que la concentración total de  
agua fue de 17 litros. Se agitó la mezcla durante 30 mi-  
nutos y luego se interrumpió la agitación para evitar la  
20 coagulación de las fibras. Luego se dejó en reposo la pa-  
pilla durante 64 horas sin agitación. Se agitó la papilla  
y se separaron las fibras revestidas mediante filtración  
para producir un papel. Se secó el papel durante 2 horas  
a 110<sup>o</sup> C. En el filtrado no había sólidos. El papel con-  
25 tenía aproximadamente 54,5 % en peso de sólidos organosili-  
cicos.

Se moldearon por presión láminas cuadradas de  
10,16 cm. del papel (110 gr.) juntamente para formar un  
laminado a 210 kg./cm<sup>2</sup> a 175<sup>o</sup> C., durante una hora. El  
30 laminado se post-curó luego durante 12 horas a 250<sup>o</sup> C. El



laminado se consolidó bien y tenía una resistencia a la flexión de 492,15 kg./cm<sup>2</sup> a temperatura ambiente y 288,23 a 260° C. Al cabo de 10 meses, se obtuvo un moldeo de dimensiones 0,63 x 10,16 x 10,16 cm. a partir de las hojas remanentes, moldeando a presión como se ha dicho arriba. El laminado se post-curó durante 48 horas a 250° C. (aumentando la temperatura desde 90° C. a razón de 8° C. por hora). El laminado estaba bien consolidado y tenía una resistencia a la flexión de 714,8 kg./cm<sup>2</sup> a la temperatura ambiente y 337,44 kg./cm<sup>2</sup> a 260° C.

#### Ejemplo 4

Se añadió monofeniltrimetoxisilano (600 gr.) conteniendo una pequeña cantidad de cloro unido por silicio, sobre 165 gr. de agua y se agitó sobre un rodillo de pintura hasta obtener una solución homogénea. Esta solución se enfrió luego y se añadió gota a gota a lo largo de un período de 2 horas sobre una papilla de 250 gr. de fibras de asbesto crisotilo de Canadá en 18,9 litros de agua. Se agitó la papilla durante la adición y luego se dejó en reposo, sin agitación, durante 4 días. El asbesto se revistió con sólidos organosilícicos. Se agitó la papilla y el asbesto revestido se separó por filtración para formar un papel que se secó durante 16 horas a 90° C. Se prensaron conjuntamente varias hojas de papel (aproximadamente 50 gr.) a presión elevada, a 175° C., durante 60-90 segundos y se retiraron de la prensa mientras estaban todavía calientes. Se obtuvo un laminado transparente bien consolidado. El laminado contenía aproximadamente 59 % en peso de sólidos organosilícicos. Se molieron otras varias hojas

287819



del papel y se moldearon 55 gr. del material molido a 210 kg./cm<sup>2</sup>., a 175° C., durante 30 minutos, y se dejaron enfriar por debajo de 100 ° C., retirándose luego de la prensa. El laminado resultante estaba bien consolidado y tenía un espesor de 0,32 cm., aproximadamente. Este producto moldeado se post-curó durante 12 horas a 250° C. Este laminado tenía una conductividad térmica de  $7 \times 10^{-4}$  gr. cal. por segundo, por cm<sup>2</sup>. de muestra por ° C.

#### Ejemplo 5

Se añadió monofeniltrimetoxisilano (97 gr.) sobre 0,9 litros de agua que contenían 0,5 gr. de ácido acético. La mezcla se agitó hasta que se hizo homogénea. Sobre la solución homogénea se añadieron 0,9 l. más de agua. Sobre la solución se añadieron, con agitación, fibras de asbesto crisotilo tratadas (30 gr.) fibras de antofilita tratadas con ácido (30 gr.) y fibras de vidrio picadas, limpiadas por el calor (de longitud entre 0,63 y 1,27 cm.) (30 gr.). Se ajustó el pH de la papilla a 8 mediante la adición de amoníaco a 30 % y se dejó la papilla en reposo durante una hora, sin agitar. Los sólidos organosilícicos se habían depositado sobre las fibras. Luego se agitó la papilla y las fibras revestidas se retiraron por filtración para producir un papel. El filtrado no contenía sólidos. El papel se secó durante 2 horas a 110° C. Se prensaron juntamente varias hojas del papel a 210 kg./cm<sup>2</sup>., a 175° C., durante una hora, para producir un laminado. El laminado contenía aproximadamente 41 % en peso de sólidos organosilícicos. Se post-curó el laminado durante 12 horas a 250 ° C. (aumentando la temperatura a razón de 16 ° C.



por hora). El laminado estaba bien consolidado y tenía una resistencia a la flexión a temperatura ambiente de 625,72 kg./cm<sup>2</sup>.

5 Ejemplo 6

Se añadió monofeniltrimetoxisilano (9,2 gr.) sobre 0,9 litros de agua que contenía 0,1 % en peso de ácido acético. Se agitó la solución hasta que se hizo homogénea. La solución contendría aproximadamente 0,6 % en peso de sólidos organosilícicos. Se añadieron escamas de vidrio (14 gr.) sobre la solución homogénea y se ajustó el pH a 8,5-9, mediante la adición de amoníaco al 30 %, y se dejó en reposo durante 18 horas. Los sólidos organosilícicos se depositaron sobre las escamas de vidrio. Luego se agitó la papilla y las escamas revestidas se separaron por filtración para producir un papel. Se secó el papel durante una hora a 110° C. Se preparó un producto moldeado con varias hojas del papel obtenido en un molde de disco de 5,1 cm. de diámetro a 210 kg./cm<sup>2</sup>, a 175 ° C. durante 30 minutos. Se enfrió el molde a unos 100 ° C. y el artículo moldeado se retiró del molde. Se obtuvo un artículo moldeado bien consolidado. El artículo moldeado tenía una resistividad de volumen en la condición A de  $2,8 \times 10^6$  megaohms. y una resistividad de superficie en la condición A de  $1,6 \times 10^{14}$  ohms.-cm. La muestra tenía las constantes dieléctricas y los factores de disipación siguientes después de moldeada. (Condición A).



	<u>Frecuencia</u> <u>(Ciclos por segundo)</u>	<u>Constante</u> <u>dieléctrica</u>	<u>Factor de</u> <u>disipación</u>
	60	4,42	0,0048
	1.000	4,36	0,0030
5	1.000.000	4,33	0,0022

10 Otro laminado (0,76 mm. de espesor) tenía una resistencia dieléctrica de 223,3 voltios por cada 0,00254 cm. en aire y 653,3 voltios por cada 0,00254 cm. en aceite.

Ejemplo 7

15 Se añadió monofeniltrimetoxisilano (33,3 gr. ) y dimetildimetoxisilano (6,7 gr.) sobre 0,9 litros de agua que contenían 0,1 % en peso de ácido acético. Se agitó la solución hasta que se hizo homogénea. La solución contenía 2,73 % en peso, aproximadamente, de sólidos organosilícicos. Se añadieron escamas de mica (40 gr.) sobre la solución homogénea y se ajustó el pH a 8,9 mediante la adición de amoníaco al 30 % y se dejó en reposo durante 18 ho-  
20 ras, sin agitar. Los sólidos organosilícicos se depositaron sobre las escamas de mica. Luego se agitó la papilla y las escamas revestidas se separaron por filtración para producir un papel. En el filtrado no había sólidos. Se  
25 secó el papel durante 1 hora a 110 ° C. Se moldearon varias hojas en una prensa a 70,3 kg./cm<sup>2</sup>. a 175 °C. durante 30 minutos. El artículo resultante tenía un espesor de 0,38 mm. y una resistencia dieléctrica de 745,3 voltios por cada 0,00254 cm. en aire y 1.386,6 voltios por cada  
30 0,00254 cm. en aceite.

287819



### Ejemplo 8

Se añadió monofeniltrimetoxisilano (15,3 gr.) sobre 4 gr. de agua que contenían 0,1 % de ácido acético. La solución se hizo homogénea después de agitación. Esta solución contenía 10 gr. de sólidos organosilícicos. Se añadió esta solución sobre una papilla acuosa que contenía 10 gr. de pulpa de alfacelulosa y 640 gr. de agua. Se dejó en reposo la papilla durante 18 horas sin agitación. Los sólidos organosilícicos se depositaron sobre las fibras. Luego se agitó la papilla y las fibras revestidas se separaron por filtración para producir un papel. El filtrado contenía 0,03 % en peso de sólidos y su pH era de 6,8. Se secó el papel durante 1 hora a 110 ° C. Se moldearon por presión dos hojas a 70,3 kg./cm<sup>2</sup>., a 175 ° C., durante 15 minutos, para producir un laminado. Luego se post-vulcanizó el laminado durante 24 horas a 150 °C. El laminado estaba bien consolidado y tenía un espesor de 0,635 mm.

### Ejemplo 9

Se cargó un batidor de papel comercial con 1.514 litros de agua. Se rebajó el pH a 4,0 añadiendo 1200 gr. de ácido acético glacial. Se añadió monofeniltrimetoxisilano (61,14 kg./, 73,4 moles %). La mezcla se hizo homogénea después de 1,5 horas de agitación. Se añadió luego fenilmetildimetilsilano (20,4 kg., kg., 26,6 moles %) y la mezcla se hizo homogénea después de 15 minutos más de agitación. La solución se agitó durante otros 30 minutos. Se añadieron sobre la solución fibras de asbesto crisotilo de Canadá (56,7 kg.). Se agitó la papilla durante 10 minu

287819



tos antes de haber disuelto 200 gr. de hidróxido potásico en 18,9 litros de agua y se añadió sobre la papilla. Se agitó la papilla durante un minuto y se dejó en reposo durante 18 horas. Los sólidos organosilícicos se habían precipitado sobre las fibras de asbesto. Luego se agitó la papilla durante 10 minutos. Al llegar a este punto el pH era 9,4. La papilla se llevó por medio de una bomba desde el batidor hasta la caja de pasta de una máquina de fabricación de papel "fourdrinier" y se diluyó a 3,5 % en peso de sólidos totales (sólidos organosilícicos y asbesto). La papilla se cargó en la "caja de cabecera" y se formó una lámina sobre la tela metálica "fourdrinier" en una abertura de "corte de cabecera" de aproximadamente 2,54 cm. y una velocidad de la tela metálica de 6,1 a 7,6 m./minuto. La lámina tenía un espesor de 0,51 mm. aproximadamente. Se retiró el agua de la lámina mediante las cajas de succión en el "fourdrinier". Este agua contenía 0,03 % en peso de sólidos organosilícicos. La lámina se trasladó desde la tela metálica "fourdrinier" a las prensas de fieltro. Se sacaron láminas de asbesto de las prensas de fieltro y se secaron al aire, se prensaron a 70,3 kg./cm<sup>2</sup>. a 175 ° C. durante una hora y se post-vulcanizó el laminado durante 12 horas a 250 ° C. El laminado tenía un espesor de 0,3 mm. y contenía aproximadamente 50 % en peso de sólidos organosilícicos. El laminado estaba bien consolidado. La resistencia dieléctrica del laminado era de 663 voltios por cada 0,00254 cm. en aire y 798 voltios por cada 0,00254 cm. en aceite. Esta muestra tenía una resistencia de arco de 173 segundos. El laminado tenía las constantes dieléctricas que se indican a continua



ción. La muestra ensayada de acuerdo con la Condición D se introdujo en agua a 23 ° C. durante 24 horas.

5	Frecuencia (ciclos por segundo)	Constante dieléctrica	
		Condición A	Condición D
	60	4,88	7,12
	1.000	4,07	6,06
	1.000.000	2,89	-

Ejemplo 10

10

Se hizo una papilla de 190 gr. de fibras de asbesto crisotilo (0,63 cm. de longitud o menos) con 14,14 litros de agua. Se mezcló monofeniltrimetoxisilano (600 gr., 3 mol.) con 165 gr. de agua que contenían 0,1 % en peso de ácido acético. La mezcla se agitó hasta que se obtuvo una solución homogénea que contenía aproximadamente 49 % en peso de sólidos organosilícicos. Se añadieron 560 gr. de esta solución sobre la papilla de asbesto y se agitó durante 10 minutos. Se agitó la papilla durante 10 minutos y se dejó en reposo durante 3 días, sin agitar. Al cabo de este tiempo, los sólidos organosilícicos se habían precipitado sobre las fibras de asbesto. Luego se agitó la papilla. Se convirtieron después las fibras en una hoja continua de papel filtrando la papilla sobre una tela de vidrio acabada con alcohol polivinílico sobre una máquina de laminado a mano de 20,32 x 20,32 cm. En el filtrado no había sólidos. Se obtuvo una longitud de papel de 3,66 m. El papel se prensó entre secantes de papel a 2,1 kg./cm<sup>2</sup>, y se dejó secar al aire durante la noche. Se calentó a 260 ° C. un mandrill de 3,17 cm. de diá

15

20

25

30



metro. Con este papel se hizo un tubo enrollando una lámina de papel alrededor de un mandril calentado. Se aplicó presión a la lámina por medio de 2 rodillos de 10,16 cm. de diámetro que tenían una presión de 7,8 kg./cm<sup>2</sup>. Después de haber formado el tubo, se enrolló durante 10 minutos más. Luego se colocó en un horno a 260 ° C. durante 4 horas y después se enfrió. Las paredes del tubo tenían un espesor de 0,315 cm. aproximadamente y estaban bien consolidadas y homogéneas. Las superficies de las paredes del tubo eran uniformes y lisas. Las paredes del tubo tenían una resistencia dieléctrica de 214 voltios por 0,00254 cm. en aceite y 226 voltios por 0,00254 cm. en aire. Este tubo es adecuado para uso como núcleo en un transformador de tipo seco.

15

Ejemplo 11

Se añadió monofeniltrimetoxisilano (400 gr., 75 moles %) sobre 13,25 litros de agua conteniendo 3 gr. de ácido acético. La mezcla se agitó hasta que se hizo homogénea. Después se añadió fenilmetildimetoxisilano (122 gr., 25 moles %). Se agitó la mezcla hasta que se hizo homogénea. Luego se añadió bicarbonato de beta-hidroxi-trimetilamonio (2 gr.) llevando el pH hasta 5,4. Después se añadieron sobre la solución fibras de asbesto crisotilo de Canadá (650 gr.). Luego se dejó la papilla en reposo, sin agitar, durante 2 horas en cuyo momento el pH del agua era 8 y se había depositado sobre las fibras 81,6 % de la composición organosilícica. Igualmente, al llegar a esta fase, las fibras no se aglomeraban ya al agitar. La papilla se agitó durante cinco minutos para

30



contribuir a la depositación del siloxano restante. Al  
cabo de una hora, se agitó otra vez la papilla durante  
cinco minutos en cuyo momento el pH era 8,3. Después se  
dejó la papilla en reposo, sin agitar, durante 16 horas,  
5 en cuyo momento la papilla tenía un pH de 8,9, y se ha-  
bía depositado sobre el asbesto 97,5 % del compuesto orga-  
nosilícico. Se agitó la papilla durante cinco minutos y  
el asbesto revestido se separó por filtración para produ-  
cir un papel que se secó al 110 ° C. durante dos horas.  
10 El filtrado contenía 0,07 % en peso de sólidos. Se moldeó  
con presión varias hojas del papel a 210 kg./cm<sup>2</sup>, a  
175 ° C., durante una hora, para producir un laminado de  
1,6 cm. de espesor. Este laminado se post-vulcanizó du-  
rante 72 horas a 250 ° C. (aumentando la temperatura 20°  
15 C. cada dos horas desde 200° C.). El laminado contenía  
aproximadamente 35 % en peso de sólidos organosilícicos.  
El laminado tenía una resistencia a la flexión a la tem-  
peratura ambiente de 759,31 kg./cm<sup>2</sup> y estaba bien consoli-  
dato.

20 Ejemplo 12

Se añadió monofeniltrimetoxisilano (400 gr., 84  
moles %) y 70 gr. de fenilmetildimetoxisilano (16 moles  
%) sobre 14,14 litros de agua conteniendo 3 gr. de ácido  
25 acético. La mezcla se agitó hasta que se hizo homogénea.  
Luego se añadieron a la solución fibras de asbesto criso-  
tilo de Canadá (727 gr.). Después se dejó la papilla en  
reposo durante 16 horas en cuyo momento el pH era 8,5. Los  
sólidos organosilícicos se depositaron sobre las fibras.  
30 Se agitó la papilla y las fibras revestidas se separaron

287819



por filtración para producir un papel. El papel se secó a 110 ° C. hasta obtener un peso constante. Se preparó un laminado prensando varias hojas del papel juntas a 70,3 kg./cm<sup>2</sup>. a 175 ° C. durante una hora. El laminado contenía 30 % en peso de sólidos organosilícicos. Se post-curó el laminado durante 12 horas a 250 ° C. (el aumento de temperatura fue de 16° C. por hora). El laminado estaba bien consolidado y tenía una resistencia a la flexión a temperatura ambiente de 609,55 kg./cm<sup>2</sup> y una resistencia a la flexión de 217,95 kg./cm<sup>2</sup>. a 260 ° C.

### Ejemplo 13

En este Ejemplo se demuestra la influencia que el pH y el tiempo ejercen sobre la precipitación de sólidos organosilícicos sobre fibras de asbesto. Se añadieron 200 gr. de monofeniltrimetoxisilano sobre 54 gr. de agua desionizada que contenía 0,5 gr. de ácido acético. La mezcla se agitó hasta que se hizo homogénea. Se añadieron porciones de 10 gr. de esta solución (5,14 gr. de sólidos organosilícicos), (a los 30 minutos después de haber preparado la solución homogénea), sobre una papilla que contenía 5 gr. de fibras de asbesto crisotilo tratadas, en 500 gr. de agua. Se añadió una cantidad adicional de ácido acético en la cantidad que se indica en la Tabla I para obtener el pH deseado. Cada papilla contenía 1,025 % en peso de sólidos organosilícicos. En la Tabla I se indica el tanto por ciento en peso de sólidos organosilícicos en la porción filtrada de cada papilla, determinado a los intervalos que se señalan. Se determinó también el tanto por ciento de los sólidos organosilícicos totales que se ha-



bían depositado sobre las fibras.

Se repitió el procedimiento anterior, a excepción de que se emplearon 0,054 gr. de ácido acético en lugar de los 0,5 gr. de ácido acético empleados en la preparación de la solución homogénea. Se añadió la solución homogénea sobre la papilla de asbesto 15 minutos después de preparada. Los resultados se dan en la Tabla II.

Se repitió el procedimiento empleado en la Tabla II, a excepción de que la solución homogénea se añadió sobre la papilla de asbesto 24 horas después, de preparada. Los resultados se dan en la Tabla III.

#### Ejemplo 14

Se añadieron 400 gr. de monofeniltrimetoxisilano (84 moles %) y 70 gr. de fenilmetildimetoxisilano (16 moles %) sobre 11,4 litros de agua conteniendo 3 gr. de ácido acético. La mezcla se agitó hasta que se hizo homogénea. Luego se añadieron fibras de asbesto crisotilo de Canadá (1.250 gr. ) sobre la solución mientras se agitaba. Se dejó en reposo la papilla durante 18 horas, sin agitar. El asbesto quedó revestido con sólidos organosilícicos y la papilla tenía un pH de 8,3. Luego se agitó la papilla y las fibras de asbesto revestidas se separaron por filtración para producir un papel que se secó durante 2 horas a 110 ° C. El papel contenía 20 % en peso de sólidos organosilícicos. El filtrado contenía 0,065 % en peso de sólidos. Se prensaron juntamente hojas de papel a 210 kg./cm<sup>2</sup>. a 175 ° C. durante una hora para producir un laminado. Luego se post-curó el laminado durante 18 horas a 250 ° C. (el aumento de temperatura fue de 5° C. cada 2

287819

horas). Este laminado se calentó luego durante 18 horas a 1.000 ° C. para producir un artículo cerámico. Este artículo cerámico tenía una resistencia a la flexión de 620,81 kg./cm<sup>2</sup> a temperatura ambiente y una resistencia a la flexión de 574,40 kg./cm<sup>2</sup>. a 260 ° C.

#### Ejemplo 15

Se añadieron 400 gr. de monofeniltrimetoxisilano (75 moles %) sobre 13,7 litros de agua conteniendo 3 gr. de ácido acético (pH 4,2). Se agitó la mezcla hasta que se hizo homogénea. Luego se añadieron 80 gr. de dimetildimetoxisilano (25 moles %) y se agitó la mezcla hasta que se hizo homogénea. Después se añadieron sobre la solución fibras de asbesto crisotilo de Canadá, (460 gr.). Se agitó la papilla durante la adición y después se dejó en reposo sin agitación durante 6 horas. Al llegar a este punto el pH era 8,1 y se había depositado sobre las fibras 85 % del compuesto organosilícico. Las fibras no se aglomeraban ya al agitar. La papilla se agitó durante 5 minutos y se dejó en reposo sin agitación durante 16 horas. Se había depositado sobre las fibras 94 % de la composición organosilícica y el agua tenía un pH de 8,5. Luego se agitó la papilla y las fibras revestidas se separaron por filtración para producir un papel. El filtrado contenía 0,1 % en peso de sólidos. El papel contenía 40 % en peso de sólidos organosilícicos. Se secó el papel durante 2 horas a 110 ° C. Se prensaron juntamente varias hojas del papel a 210 kg./cm<sup>2</sup>. , a 175 ° C. durante 1 hora para producir un laminado. Luego se post-curó el laminado durante 12 horas a 250 ° C. El laminado estaba bien consoli



5      dado y tenía una resistencia a la flexión de 731,19 kg./  
cm<sup>2</sup>. a temperatura ambiente y 386,68 kg./cm<sup>2</sup>. a 260 ° C.  
El laminado tenía un espesor de 1,27 cm.

#### Ejemplo 16

5                      Se añadió monofeniltrimetoxisilano (400 gr., 75  
moles%) y dimetildimetoxisilano (80 gr., 25 moles%) so-  
bre 11,4 litros de agua conteniendo 3 gr. de ácido acético.  
La mezcla se agitó hasta que se hizo homogénea. Se añadie-  
ron luego sobre la solución, agitanto, fibras de asbesto  
10      crisotilo de Canadá (720 gr.). Luego se dejó la papilla  
en reposo sin agitación durante 16 horas en cuyo momento  
la papilla tenía un pH de 8,2. Los sólidos organosilícici-  
cos se habían depositado sobre las fibras de asbesto.  
15      Después se agitó la papilla y las fibras revestidas se  
eliminaron por filtración para producir un papel. El fil-  
trado contenía 0,06 % en peso de sólidos. Se secó el pa-  
pel durante 3 horas a 110 ° C. Se prensaron juntamente va-  
rias hojas del papel a 210 kg./cm<sup>2</sup>. a 175 ° C., durante  
20      3 horas para producir un laminado. El laminado contenía  
30 % en peso de sólidos organosilícicos. Luego se post-  
curó el laminado durante 18 horas a 250 ° C. (el aumento  
de temperatura fue de 5 ° C. cada 2 horas). Este laminado  
estaba bien consolidado y tenía una resistencia a la fle-  
25      xión de 376,83 kg./cm<sup>2</sup>. a la temperatura ambiente y de  
340,12 kg./cm<sup>2</sup>. a 260 ° C. El laminado tenía un espesor  
de 1,27 cm.

#### Ejemplo 17

30                      Se hidrolizaron 100 gr. de fenilmetildimetoxisila

287819



no para dar un flúido de fenilmetilsiloxano bloqueado terminalmente por hidroxilo. Este líquido se disolvió en acetona y se mezcló con 30 gr. de fibras de asbesto lavadas con ácido y 30 gr. de fibras de vidrio picadas limpiadas por el calor. Se dejó evaporar la acetona con lo cual quedó la totalidad del flúido dispersado sobre el asbesto y el vidrio. Luego se mezclaron las fibras revestidas con una solución formada mezclando 100 gr. de feniltrimetoxisilano con 1.400 gr. de agua. Se añadió bicarbonato de beta-hidroxietiltrimetilamonio hasta llevar el pH a 8 y se dejó en reposo la papilla durante tres días. Las fibras revestidas no se coagulaban al agitar. Se filtraron las fibras para dar una lámina de papel que se secó durante 3 horas a 110 ° C. Las láminas se cortaron y se laminaron, y se moldearon a 70,3 kg./cm<sup>2</sup>. durante una hora y se enfriaron para dar un laminado consolidado en el que el siloxano era 52,4 moles% de fenilmetilsiloxano y 47,6 moles% de monofenilsiloxano.

287810

T A B L A I

Muestra	pH	gr. de ácido acético añados a la papilla	Una hora		Tres horas		Veinte y cuatro horas	
			% en peso de sólidos orgánicos en el filtrado.	% de los sólidos orgánicos sobre fibras.	% en peso de sólidos orgánicos en el filtrado.	% de los sólidos orgánicos sobre fibras.	% en peso de sólidos orgánicos en el filtrado.	% de los sólidos orgánicos sobre fibras.
1	7,4	Ninguno	0,36	65	0,13	87,3	0,0	100
2	7,1	0,04	0,67	35	0,33	67,6	0,07	93,2
3	6,4	0,10	0,93	10	0,82	20,0	0,20	80,5
4	5,5	0,20	0,92	10	0,93	10	0,60	41,5
5	4,5	0,50	1,02	1	0,98	5	0,93	10,0

1301

287810





T A B L A   I I

Muestra	pH	gr. de ácido acético añados a la papilla.	Una hora		Dos horas		Veinte y cuatro horas	
			% en peso de sólidos orgánicos en el filtro-do.	% de los sólidos orgánicos sobre fibras.	% en peso de sólidos orgánicos en el filtro-do.	% de los sólidos orgánicos sobre fibras.	% en peso de sólidos orgánicos en el filtro-do.	% de los sólidos orgánicos sobre fibras.
1	7,9	Ninguno	0,19	81,5	0,16	84,4	0,04	96,1
2	8,0	0,04	0,36	64,8	0,29	71,7	0,07	93,2
3	7,7	0,10	0,49	52,2	0,52	48,2	0,17	83,4
4	6,1	0,20	0,98	4,5	0,99	3,4	0,89	13
5	5,0	0,50	0,93	9,3	0,94	8,2	0,95	7,4

131

227819

T A B L A III

Muestra	pH	gr. de ácido acético añadidos a la papilla	% en peso de sólidos organosilícicos en el filtrado.			% de los sólidos organosilícicos sobre fibras.				
			1 h.	2 h.	4 h.	48 h.	1 h.	2 h.	4 h.	48 h.
1	8,6	Ninguno	0,20	0,07	0,0	0,0	80,5	93,2	100	100
2	8,3	0,04	0,40	0,30	0,0	0,0	61	70,7	100	100
3	7,3	0,10	0,72	0,66	0,4	0,06	30	35,6	61	95,2
4	6,0	0,20	0,86	0,93	0,6	0,33	16	9,2	41,5	67,6
5	5,0	0,50	0,90	0,93	0,88	0,67	12	9,2	14	34,6



237819



La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 1 de Octubre de 1962, bajo el número 227.586, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15

1.- El procedimiento para preparar un artículo de manufactura, que se caracteriza por: (1) mezclar un material en partículas laminable (convertible en lámina) con una solución en agua de un preparado organosilícico, consistiendo dicho preparado organosilícico esencialmente en de 70 a 100 % molar de unidades  $C_6H_5Si=$ , en tanto que esencialmente la totalidad de las restantes unidades de organosililo se eligen del grupo que consta de unidades de  $(C_6H_5)(CH_3)Si=$  y de  $(CH_3)_2Si=$ , esencialmente la totalidad de las restantes valencias de los átomos de silicio de dicho preparado se satisfacen con átomos de oxígeno presentes como grupos OH o enlaces SiOSi, y el pH de la solución acuosa durante al menos una parte importante del período de contacto con las partículas laminables es tal que al menos un 5% en peso, basado en el peso de partículas laminables, del preparado organosilícico de la so

20

25

30

287819



lución se deposita en las partículas laminables; (2) dejar dichas partículas recubiertas, en reposo sin agitación, durante un tiempo suficiente para que no se coagulen al ser agitadas; y, a continuación (3) separar del agua las partículas, de manera tal que las partículas se adhieren o aglutinan entre sí formando lámina.

5

2.- El procedimiento del punto 1, en el cual el pH de la solución acuosa en la etapa de mezcla es de al menos 7,5.

10

3.- El procedimiento del punto 1 ó 2, caracterizado además por agitarse la mezcla para redispersar las partículas laminables, en el agua, después de haberlas dejado reposar sin agitación.

15

4.- El procedimiento de cualquiera de los puntos precedentes, en el cual las partículas laminables son fibras de amianto, fibras de vidrio o escamas de mica, o una mezcla de las mismas.

20

5.- El procedimiento de cualquiera de los puntos precedentes, en el cual la lámina formada se somete a calor y presión suficientes para consolidar aún más la lámina, al grado conveniente.

25

6.- El procedimiento de cualquiera de los puntos precedentes, en el cual el preparado organosilícico se halla en un estado tal de aglomeración molecular que es soluble en agua.

30

7.- El procedimiento de cualquiera de los puntos precedentes, en el cual al menos un 10% en peso, basado en el peso de partículas laminables del preparado organosilícico de la solución, se deposita sobre el material en partículas, en la etapa de mezcla.

287819



8.- El procedimiento de cualquiera de los puntos precedentes, en el cual un 100 % molar de las unidades de organosililo son unidades  $C_6H_5Si-$ .

5 9.- El procedimiento de cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado además por el hecho de que dicha lámina se arrolla en torno a un mandril de la forma conveniente para obtener varias capas, y luego se aplican presión y temperatura suficientes para consolidar las capas unas con otras, formando un tubo.

10 10.- El procedimiento de cualquiera de los puntos precedentes, en el cual el material en partículas laminable se recubre primero con un fenilmetilsiloxano en bloque con terminación de hidroxilo de poco peso molecular, antes de mezclar con la solución acuosa del compuesto organosilícico.

15 11.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 1 a 9, caracterizado por el hecho de que el material en partículas laminable se mezcla con una solución acuosa homogénea de feniltrimetoxisilano y, a discreción, hasta un 30 % molar de un silano del grupo que consta de fenilmetildimetoxisilano y dimetildimetoxisilano, después de lo cual se ajusta el pH.

20 12.- Procedimiento para preparar un artículo de manufactura.

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

287819



Esta Memoria consta de treinta y seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 31 JUL 1963

287819