

PATENTE DE INVENCION

SECCION TECNICA Ref: ICI Case MD 21977 - SPAIN.
CLASIFICACION I.P.C.
CLASIF. **380809**
SUCL. **380809**

Memoria Descriptiva
LA EXHAUSTIVA
COPIAS Y CERTIFICACIONES
CONSULTA

Procedimiento para la orientación de cristalitas en sólidos inorgánicos policristalinos.

380809

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

El presente invento se refiere a sólidos policristalinos y en particular a la orientación de cristalitas en sólidos policristalinos inorgánicos.

Las fibras policristalinas inorgánicas se obtienen frecuentemente fibrilando soluciones concen-



tradas viscosas de sales metálicas en agua o solventes polares. Las fibras generalmente se producen primero bajo la forma de un gel que debe ser calentado para obtener un vidrio o calentado ulteriormente para producir

- 5. una fibra que es cristalina. Cuando se desarrolla esta cristalización, los cristalitas se encuentran normalmente orientados de manera aproximadamente al azahar. A fin de mejorar las propiedades mecánicas de una fibra policristalina los cristalitas deben estar orientados substancialmente en dirección del eje de la fibra. Se ha encontrado ahora que la orientación de los cristalitas en un sólido policristalino puede ser lograda incluyendo partículas anisométricas substancialmente orientadas en la fase líquida a partir de la cual se forma dicho sólido.

- 15. De tal manera, conforme al presente invento se proporcionan un procedimiento para la orientación de cristalitas en un sólido policristalino inorgánico, que comprenden de incluir en la fase líquida a partir de la cual se forma dicho sólido policristalino partículas anisométricas substancialmente orientadas en las cuales dicho sólido policristalino se forma epitaxialmente.

- 20. La partícula anisométrica preferente es, o es capaz de ser convertida en, una forma cristalina isoestructural o isomorfa con los cristalitas del sólido policristalino, ayudando así la formación epitaxial de los cristales.

- 25. Se prefiere que la fase líquida a partir de la cual se forma el sólido policristalino se encuentre substancialmente libre de otras partículas que puedan promover la nucleación de cristalitas en dicho sólido.

- 30.



La eliminación de tales partículas puede ser realizada, por ejemplo, mediante filtración de la fase líquida o disolución de las partículas en un solvente apropiado.

5. El proceso resulta particularmente aplicable a sólidos que tienen por lo menos una dimensión mucho menor que las otras, por ejemplo un sólido que constituye una película o una fibra, debido a que la orientación de las partículas anisométricas se logra más fácilmente con estos sólidos. Se prefiere que una fibra a la cual se aplica el proceso, tenga un diámetro medio inferior a aproximadamente 100 micrones, preferentemente inferior de aproximadamente 30 micrones, por ejemplo menos de 10 micrones.
- 10.
15. Las partículas anisométricas son preferentemente partículas aciculares o fibrilares, aún cuando otras partículas pueden también ser empleadas, por ejemplo partículas en forma de placas o escamas.

- Las partículas fibrilares o aciculares con diámetro medio no mayor que 1 micrón y una relación de largo a diámetro de por lo menos 20, son las preferidas, por ejemplo fibrilas con diámetro medio comprendido entre 0,1 y 0,5 micrones y de un largo superior a 10 micrones. Otra fibrila conveniente tiene un diámetro de aproximadamente 0,01 micrón y un largo de aproximadamente 0,5 micrón.
- 20.
- 25.

- Cuando se emplean partículas en forma de placas o escamas se prefiere que la menor dimensión de las mismas no sea mayor a 1 micrón y que la mayor dimensión de dichas partículas sea por lo menos 20 veces aquella de la mayor de las dos dimensiones.
- 30.

-4 380809



Las mezclas de partículas anisométricas con formas distintas y tamaños pueden también ser convenientemente empleadas. Las partículas anisométricas pueden ser dispersadas en la fase líquida desde la cual sólido policristalino se forma, antes de ser orientadas y también la fase líquida puede ser agregada a una masa pre-formada de partículas anisométricas.

5.

Puede emplearse cualquier concentración conveniente de partículas anisométricas en la fase líquida, por ejemplo concentraciones incluidas en el rango de 10 a 100.000 partes en peso de partículas anisométricas por 1.000.000 de partes en peso de la fase líquida. Las concentraciones especialmente convenientes son aquellas comprendidas entre 1.000 y 50.000 partes en peso por 1.000.000 de partes en peso.

10.

15.

Conforme a una realización, las partículas anisométricas comprenden un pseudomorfo de sílice formado por el tratamiento de un mineral de silicato con ácido, por ejemplo un pseudomorfo de sílice en forma de lámina y constituido por un mineral filosilicato o un pseudomorfo de sílice fibrilado formado a partir de un mineral inosilicato. Una forma preferida de fibrila pseudomorfa de sílice se prepara mediante tratamiento con ácido clorhídrico de arcilla sepiolita, atapulguita o asbesto de crisolita. Las fibrilas formadas mediante este tratamiento pueden convenientemente ser separadas por filtración y preparadas para usos ulteriores, por ejemplo calentando a 1.700°C , o pueden ser utilizadas directamente bajo la forma de una dispersión. Este tratamiento produce pseudomorfos de sílice con un diámetro de aproximadamente 100 Angstroms y

20.

25.

30.

380809²³



una relación de largo a diámetro de aproximadamente 1.000.

5. Pueden utilizarse minerales fibrosos como partículas anisométricas, por ejemplo los minerales wolastonita o crisolita.

10. La sílice finamente dividida que tiene una forma anisométrica lograda por precipitación o técnicas de combustión puede ser empleada, por ejemplo partículas de óxido metálico, fibriladas o en forma de placas integradas como un "humo" por la combustión del metal en oxígeno.

15. Una fibrila de silicato coloidal que puede obtenerse bajo la marca "Avibest" constituye una partícula anisométrica apropiada para su empleo en el proceso, y puede ser utilizada en su forma original o tratada con ácido para producir fibrilas de sílice.

20. Las partículas anisométricas especialmente útiles comprenden cristales coloidales de monohidrato de alúmina (boehmita) que tienen un diámetro medio comprendido entre 50 Angstroms y 500 Angstroms y un largo superior a los 1.000 Angstroms, preferentemente de por lo menos 5.000 Angstroms; obtenidas convenientemente mediante el calentamiento controlado de solución de sal de aluminio básica.

Otras partículas anisométricas útiles son:

25. (1) pigmento metálico de aluminio que comprende escalas delgadas, útil especialmente en fibras inorgánicas donde el metal puede reaccionar con, por ejemplo, cristalitos de fibra de óxidos inorgánicos y silicatos,

30. (2) partículas coloidales de hidróxido de hierro

380809



microcristalino acicular,

- (3) fibrilas de titanato de potasio,
 - (4) celulosa microcristalina que comprende cristales de celulosa con un diámetro medio de aproximadamente 50 Angstroms y un largo superior a los 1.000 Angstroms.
- 5.

Dichas partículas microcristalinas de celulosa resultan particularmente útiles en fibras de sílice hidratadas hechas por hilado de un silicato de metal alcalino o un silicato de amonio en ácido. Los microcristales de celulosa se ligan fuertemente a los cristales de sílice hidratada que se forman en la fibra cuando se calienta el material hilado, por ejemplo a 200°C. Las fibras de sílice hidratado que contienen celulosa microcristalina alineada pueden ser calentadas fuertemente para destruir la celulosa, dejando una fibra de sílice cristalina libre de celulosa pero alineada.

10.

15.

El invento resulta particularmente aplicable a la orientación de cristalitos en una fibra inorgánica producida a partir de una solución, especialmente una solución acuosa de, por ejemplo, un compuesto metálico. Una solución acuosa de un compuesto de un metal que se descompone o reacciona para formar un sólido refractario resulta especialmente conveniente para formar una fibra policristalina útil que tiene cristalitos orientados respecto del eje de la fibra. Por ejemplo, para la producción de fibras de alúmina orientadas, puede prepararse una solución apropiada disolviendo aluminio metálico en una solución acuosa de cloruro de aluminio. Las partículas anisométricas apropiadas para emplear con esta solución, son

20.

25.

30.

- 7 380809



5. cristales coloidales de monohidrato de alúmina, que tienen preferentemente un diámetro medio comprendido entre 50 y 500 Angstroms y una relación de largo a diámetro medio entre 20 y 200, y más preferentemente un diámetro medio de aproximadamente 50 Angstroms y un largo de aproximadamente 2.000 Angstroms. Ejemplos de otros sólidos policristalinos convenientemente orientados mediante una partícula anisométrica apropiada, se muestran en la Tabla I.

T A B L A I

Sólido Policristalino	Material a partir del cual puede formarse el sólido policristalino	Partículas Anisométricas
Alúmina	Formato de Aluminio	Monohidrato de alúmina
Fosfato de Aluminio	Clorofosfato de Aluminio	Fibras de Sílice
" " "	" " "	Talco
Titanio	Cloruro básico de Titanio	Titanio de potasio
Oxido de hierro	Cloruro básico de Hierro	Acicular Gamma- Fe_2O_3
" " "	" " "	Acicular Alfa- $FeOOH$
Sílice	Silicato de Sodio	Sílice ó Fibrillas de Sílice

10. Se prefiere que la partícula anisométrica sea substancialmente insoluble en la fase líquida desde la cual se forma el sólido policristalino, aún cuando alguna reacción superficial entre la partícula anisométrica y la fase líquida no es desventajosa. Se prefiere, no obstante,

15. que dicha reacción sea una que no produzca gas.



- Las partículas anisométricas pueden estar dispersadas en la fase líquida y orientadas en la misma, o pueden ser orientadas priméramente y luego agregarse la fase líquida a estas partículas orientadas. La orientación de partículas anisométricas dispersadas puede obtenerse mediante cualquier método conveniente, por ejemplo pasando la fase líquida a través de un dado de extrusión conveniente. La orientación de las partículas anisométricas en la fase líquida desde la cual se produce una fibra, se obtienen mediante cualquier procedimiento normal empleado para producir la fibra, por ejemplo extrusión por una hilera, estirado o mediante hilado centrífugo. Las partículas anisométricas pueden ser alineadas en estado seco para formar un colchón o grupo orientado al cual se agrega la fase líquida. Las partículas anisométricas pueden también formarse en un colchón o cuerda orientado, suspendiendo por ejemplo en un líquido adecuado, tal como la acetona, alineándolas allí mediante un procedimiento tal como de extrusión y eliminando el líquido de suspensión por medios adecuados, por ejemplo mediante evaporación y/o combustión.

- Los sólidos policristalinos en los cuales los cristallitos han sido orientados mediante el proceso conforme al invento, pueden mostrar marcadas propiedades de anisotropía, especialmente propiedades físicas. Esta anisotropía es útil en muchas aplicaciones; por ejemplo, resistencia a la tracción y rigidez en una dirección son generalmente muy incrementadas, dando materiales cuyas propiedades pueden ser fácilmente relacionadas a las tensiones direccionales que se les impongan. La orientación de cris

380809



talitos en fibras policristalinas resulta particularmente útil para proveer fibras con propiedades de resistencia y rigidez mejoradas. Las fibras inorgánicas que tienen cristalitas orientados son especialmente útiles para

5. obtener fibras fuertes, rígidas y refractarias apropiadas para aplicaciones donde intervenga la alta temperatura, por ejemplo, textiles a prueba de fuego, aislaciones térmicas y materiales compuestos.

El invento queda ilustrado pero no limitado en los siguientes ejemplos.

10.

Ejemplo 1

Se dispersó 1,2 % p/p de fibrilas de sílice obtenidas mediante el tratamiento ácido de asbestos crisotilos, en solución de silicato de sodio que tiene la siguiente composición en peso:

15.

Na ₂ O	17,8 %
SiO ₂	35,7 %
H ₂ O	46,5 %

La viscosidad de esta solución a 20°C era de 900 poises. Se dispersó priméramente la sílice en un volumen mínimo de agua mediante un molino de bolas y la dispersión acuosa se agregó a la solución de silicato, agitando. La solución de silicato que contenía la sílice se empleó entonces para producir fibras por dos métodos:

20.

25. 1.- Se fibriló la solución mediante hilado centrífugo en aire seco para producir fibras que tenían diámetros inferiores a los 20 micrones. Estas fueron sumergidas en solución de ácido clorhídrico 0,1N durante 1 hora a 50°C, al cabo de cuyo tiempo el contenido de sodio de la fibra se había reducido a

30.



- aproximadamente 1 % en peso y la fibra consistía esencialmente de una matriz de hidrato de ácido silícico en la cual se hallaban dispersadas fibrillas de sílice hidratado altamente organizado. Las fibras hidratadas fueron cuidadosamente deshidratadas por calentamiento a 105°C donde se perdió el agua sin cambio en el aspecto microscópico de las fibras, que permanecieron transparentes. Aún a este estado las fibras eran considerablemente más fuertes que las fibras hechas mediante el mismo procedimiento a partir de solución de silicato de sodio sin la adición de sílice. Se continuó el calentamiento a 800°C en cuyo punto la fibra se transformó en esencialmente anhidra pero permaneció intacta y mecánicamente fuerte. Las fibras preparadas sin el empleo de sílice tenían poca resistencia mecánica en este estado.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- II.- La solución de silicato fué extruida a través de una hilera en ácido clorhídrico 0,5N a 50°C para producir una fibra de gel de ácido silícico que contenía fibrillas de sílice alineadas en el eje de la fibra. Esta orientación se incrementó estirando la fibra de gel. La subsiguiente deshidratación y tratamiento térmico de esta fibra proporcionó una fibra final que mostraba una birrefringencia y extinción al ser examinada microscópicamente bajo luz polarizada, indicando el alineamiento de la matriz de sílice. Tal alineamiento no ocurrió en ausencia de fibrillas de sílice, y las fibras permanecieron isotrópicas.



Ejemplo 2

5. Se disolvieron 800 gramos de cloruro de aluminio anhidro en 6 litros de alcohol etílico absoluto, y la solución fué enfriada en hielo hasta una temperatura de 0° C. Se agregaron léntamente a esta solución 650 gramos de ácido ortofosfórico al 88 %, con agitación. El producto, un sólido blanco cristalino se filtró y secó en un horno al vacío a 20° C durante 2 horas.

10. Se preparó una solución de 800 gramos de este sólido en 125 ml de agua; la solución espesa tenía una viscosidad de 150 poises.

15. Se hicieron fibrilãs de sílice sumergiendo arcilla de sepiolita en ácido clorhídrico 1N durante 40 minutos a 70° C. Las fibrilas, luego de la separación desde la mezcla de reacción mediante filtrado y lavado con agua, se dispersaron en 200 ml de agua destilada por moli-do. La dispersión se agregó a la solución espesa preparada anteriormente, siendo la cantidad de fibras de sílice empleada suficiente para dar una dispersión final con-
20. teniendo 3 % en peso de sílice.

25. La dispersión final fué fibrilada extruyéndola a través de una hilera en aire seco, siendo la fibra de gel estirada a medida que se formaba. La fibra de gel era ópticamente anisotrópica mostrando que tenía un arreglo sistemático de las partículas de sílice coloidal elongadas. La fibra de gel se calentó muy gradualmente hasta una temperatura final de 900° C. La fibra resultante era fosfato de aluminio cristalino y un exámen microscópico
30. indicó que los cristallitos en él se hallaban orientados en la dirección de la fibra.

380809

23



- Las fibras preparadas por un proceso similar, pero sin la inclusión de fibrilas de sílice dieron, en el estado de gel, una fibra de gel isotrópica y la fibra final, que fué calentada de manera similar a la fibra que contenía fibrilas de sílice, consistía de cristalitas sin alinear y tenía una resistencia mecánica considerablemente inferior que la fibra conteniendo fibrilas de sílice.
- 5.

Ejemplo 3

10. Una solución de oxiclورو de aluminio con una relación de aluminio a cloro de 1,8:1 se preparó disolviendo polvo de aluminio metálico en una solución acuosa de 300 gramos por litro de cloruro de aluminio hexahidratado.
15. Se empleó una porción de esta solución para preparar un gel coloidal conteniendo monohidrato de aluminio con dimensiones medias dentro del orden de los 50 x 50 x 2.000 Angstroms; se llevaron 20 ml de la solución de oxiclورو de aluminio hasta 250 ml con agua y se calentaron bajo presión autógena a 160°C durante 5 horas en un recipiente de presión acerado revestido con vidrio. Las micrografías electrónicas mostraron que el producto tenía las dimensiones requeridas.
- 20.
25. Se dispersó 1 ml del gel coloidal de las partículas de monohidrato de aluminio en 10 ml de agua destilada, y 1 ml de la dispersión resultante se mezcló con 50 ml de la solución de oxiclورو de aluminio y 5 gotas de ácido acético glacial. La mezcla resultante fué cuidadosamente evaporada bajo presión reducida a 35°C en un evaporador rotativo convencional de laboratorio. Se ajustó
- 30.



380809

- el régimen de eliminación de agua durante la evaporación cambiando la presión para impedir que se formara una película sobre la superficie del líquido que giraba. La mezcla se evaporó hasta que se había reducido a un jarabe espeso con viscosidad de aproximadamente 700 poises,
5. medidos a 25°C y de inmediato se transfirió a un recipiente de extrusión bajo presión. La concentración de las partículas de monohidrato de aluminio en el jarabe era de 70 partes por millón en peso.
10. El jarabe fué extruido a 25°C desde un recipiente de presión de acero inoxidable con un filtro miliporo de alta presión que tenía orificios con un diámetro de 10 micrones y con una hilera que tenía un dado con un diámetro de 100 micrones. El filamento fué extruido a través del dado y recogido a un régimen de aproximadamente 18 metros por minuto, habiendo caído una distancia de 3 metros desde el dado a través de aire que tenía una humedad relativa de 55 % y una temperatura de 30°C a fin de permitir el secado parcial del filamento. La presencia de hidrógeno sobre el jarabe en el recipiente de presión, y
15. por lo tanto el régimen de extrusión, se ajustó de manera que el filamento fuera estirado hasta un diámetro de 10 micrones.
20. El filamento se transfirió desde el tambor que lo enrollaron y fué colgado en un horno a 100°C para completar su secado. Se calentó subsiguientemente hasta 700°C durante un periodo de 2 horas y se mantuvo a esa temperatura durante otro periodo ulterior de 2 horas.
25. Las fibras fueron entonces examinadas en la etapa rotativa de un microscopio polarizador. Al ser observa-
- 30.

380809

23



- das en luz polarizada, entre polarizadores cruzados, las fibras aparecían ser fuértemente birrefringentes. Al girar la etapa del microscopio en el cual las fibras estaban montadas, la intensidad de la birrefringencia se encontraba a un mínimo cuando las fibras eran paralelas o perpendiculares al plano de polarización de la luz incidente, pero a 45° respecto de la luz incidente, la intensidad de la birrefringencia aparecía ser aproximadamente el doble. Esto demuestra cláramente que una alta proporción del material cristalino en la fibra se hallaba alineado preferétemente a lo largo del eje de la misma. Fibras similares producidas de manera idéntica pero sin las fibras de alúmina anisométricas no mostraban este efecto y no había ningún cambio en la intensidad de la birrefringencia al girar la etapa del microscopio polarizador.
- 5.
- 10.
- 15.

Ejemplo 4

- Un gel coloidal de partículas de monohidrato de aluminio con dimensiones medias de $50 \times 50 \times 2.000$ Angstroms se preparó de la manera descrita en el Ejemplo 3. Se dispersó 1 ml de este gel en 10 ml de agua destilada, y 5 ml de la dispersión se agregaron a 100 ml de una solución de un formato de aluminio básico en agua, el cual por análisis contenía 7 % de aluminio bajo la forma de Al_2O_3 .
- 20.

- La mezcla de las partículas de hidrato de aluminio y la solución básica de formato de aluminio, que tenía un pH de 4,2, se colocó en un evaporador rotativo común de laboratorio y se redujo a un líquido espeso que tenía una viscosidad de 700 poises a $25^{\circ}C$ mediante evaporación de solventes bajo presión reducida. La concentración de
- 25.
- 30.

-15
380809



partículas en el jarabe era finalmente de 280 partes por millón en peso.

5. El jarabe fué inmediatamente transferido a un recipiente de presión provisto de un filtro miliporo y una hilera tal como descrito en el Ejemplo 3, y se recogió en un tambor recolector una fibra que tenía un diámetro de 11 micrones.

10. Las fibras se secaron a 100°C durante 2 horas y se transfirieron a una mufla que fué calentada a 700°C durante un periodo de 2 horas. Al cabo de 3 horas más a 700°C las fibras aparecieron blancas y cristalinas.

15. Se montaron las fibras en la etapa rotativa de un microscopio polarizador y fueron observadas entre polarizadores cruzados. Al girar la etapa existía un marcado incremento en la intensidad de la birrefringencia cuando las fibras se encontraban a 45° respecto del plano de polarización de la luz incidente, lo cual demostraba una orientación preferida a lo largo del eje de la fibra para los microcristales birrefringentes. Fibras similares que
20. no contenían las partículas del monohidrato de aluminio no mostraban este efecto.

Ejemplo 5

25. Se preparó sílice fibroso bajo la forma de tridimita por calentamiento de la de sílice W^W a 600°C durante 3 días. El sílice W se preparó en la forma descrita por Weiss & Weiss en Naturwissenschaften, 1954, 41 12 y Z. anorg. Chem. 1954. 276, 95-112. Se separaron las fibrillas de la lana degradada mediante elutriación en nitrógeno. Las partículas elutriadas se colectaron en agua y
30. tenían un tamaño promedio con diámetro de 0,1 micrón por

380809



2 micrones de longitud. El agua contenía 0,5 % en peso de tales partículas.

5. Se disolvieron 800 gramos de cloruro de aluminio anhidro en 6 litros de alcohol etílico absoluto y la solución se enfrió en hielo a una temperatura de 0°C. Se agregaron lentamente y con agitación a esta solución 650 gramos de ácido ortofosfórico al 88 %. El producto sólido fué filtrado y colocado en un tubo de 10 cm de diámetro provisto de una gota de vidrio Nº G2 cerca de su base. Se sopló aire comprimido a través del compuesto a un régimen de 20 litros por hora durante 92 horas.

10. El producto, un cloro-fosfato de aluminio hidratado, se disolvió en la suspensión acuosa de partículas para dar una solución con viscosidad a 20°C de 700 poises. La concentración de las partículas de sílice era aproximadamente 2.000 partes por millón de solución en peso. Esta solución fué extruída a través de un orificio que tenía un diámetro de 100 micrones a 17,55 K/cm² en aire a 20°C y humedad relativa del 60 %, siendo la fibra estirada hasta un diámetro promedio inferior a 10 micrones mediante recolección en un tambor giratorio que se encontraba a 120 cm por debajo del orificio de hilatura.

15. La fibra se calentó en aire a 700°C durante 6 horas. El exámen bajo rayos X mostró que la fibra comprendía esencialmente la fase tridimita del fosfato de aluminio que tenía cristalitas con un tamaño promedio inferior a los 1.000 Angstroms. Las fibras mostraban birrefringencia bajo el exámen microscópico con luz polarizada.

20. Las fibras mostraban extinción por rotación bajo

17 - 380809²³



luz polarizada, indicando una orientación preferida de la estructura cristalina. Las fibras hechas sin la adición de las fibrilas isoestructurales de sílice no mostraban tal extinción.

5. * Nomenclatura debida a R.B. Sosman ("The Phases of Silica" Rutgers University Press 1965).

Ejemplo 6

10. Una muestra de talco lavado con ácido fué elutriado en aire y las partículas elutriadas se recogieron en agua. La suspensión resultante se filtró a través de papeles de filtro Whatman Nº 1. El filtrado mostró tener aproximadamente 10^7 partículas de talco coloidal por ml.

15. Se preparó un clorofosfato de aluminio hidratado de la manera descrita en el Ejemplo 5, y se disolvieron 200 gramos del sólido en 200 ml de dicho filtrado para dar una solución que contenía aproximadamente 25 partes por millón en peso de partículas de talco y con una viscosidad de aproximadamente 600 poises a 20°C . La solución se filtró a través de un filtro miliporos que tenía un tamaño de poros de 0,5 micrón, y fué extruída a $21,09 \text{ K/cm}^2$ a través de una hilera con diámetro de 100 micrones en aire a 20°C y humedad relativa del 60 %. La fibra extruída se estiró a través de una distancia de 25. aproximadamente 120 cm para dar una fibra con un diámetro inferior a 10 micrones.

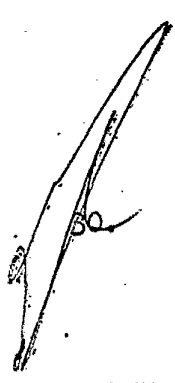
30. Las fibras se calentaron a 700°C durante 2 horas en un horno eléctrico. El examen microscópico de las fibras bajo luz polarizada reveló que las mismas exhibían birrefringencias que se extinguían cuando la etapa del

18 -
380809

23 JUN 1970

microscopio se hacía girar. No se observó extinción cuando se examinaron fibras a las cuales no se había agregado talco.

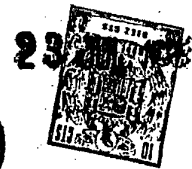
- N O T A -

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.
10. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Inglaterra, con fecha 16 de junio de 1969, bajo el número 30289/69, acciéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA ORIENTACION DE CRISTALITAS EN SOLIDOS INORGANICOS POLICRISTALINOS; caracterizándose por lo siguiente:
20. 1ª.- Procedimiento para la orientación de cristalitas en sólidos inorgánicos policristalinos, caracterizado porque comprende incluir en la fase líquida a partir de la cual se forma dicho sólido policristalino, partículas anisométricas substancialmente orientadas y en las cuales se forma epitaxialmente dicho sólido policristalino.
25. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las partículas se incluyen bajo forma cristalina tanto isoestructural como isomorfa con los cristalitos del sólido policristalino.
- 



5. 3^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las partículas anisométricas se incluyen bajo una forma capaz de ser convertida a la forma cristalina que es tanto isoestructural como isomorfa con los cristalitos del sólido policristalino.
10. 4^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones procedentes, caracterizado porque la fase líquida a partir de la cual se forma el sólido policristalino se encuentra substancialmente libre de otras partículas.
15. 5^a.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la fase líquida se libera de otras partículas mediante filtración.
15. 6^a.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el sólido es una película.
- 7^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el sólido es una fibra.
20. 8^a.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la fibra tiene un diámetro medio inferior a los 100 micrones.
20. 9^a.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la fibra tiene un diámetro medio inferior a los 10 micrones.
25. 10^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la partícula anisométrica es tanto acicular como fibrilar.
30. 11^a.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la partícula tanto acicular como fibrilar tiene un diámetro promedio de hasta 1 micrón y una relación de largo a diámetro de por lo menos 20.

380809



12ª.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque la partícula tiene un diámetro promedio comprendido entre 0,1 y 0,5 micrones y un largo superior a los 10 micrones.

5.

13ª.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque la partícula tiene un diámetro promedio de aproximadamente 0,01 micrón y un largo de aproximadamente 0,5 micrón.

10.

14ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la partícula anisométrica es tanto en forma de placa como en forma de escama.

15.

15ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque las partículas anisométricas están dispersadas en la fase líquida desde la cual se forma el sólido policristalino, antes de hallarse orientadas.

20.

16ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la partícula anisométrica está incluida a una concentración comprendida entre 10 y 10.000 partes en peso respecto de 1.000.000 de partes en peso de la fase líquida.

25.

17ª.- Procedimiento según la reivindicación 16, caracterizado porque la concentración de partículas anisométricas es de 1.000 a 50.000 partes en peso por 1.000.000, de partes en peso de la fase líquida.

18ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la partícula anisométrica comprende sílice.

19ª.- Procedimiento según cualquiera de las rei-

- 21 380809²³



vindicaciones 1 a 17, caracterizado porque la partícula anisométrica comprende un silicato.

5. 20ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado porque la partícula anisométrica comprende tanto alúmina como alúmina monohidratada.

10. 21ª.- Procedimiento según la reivindicación 20, caracterizado porque la partícula que comprende dichas alúminas y alúmina monohidratada tiene un diámetro medio de 50 a 500 Angstroms y un largo superior a los 1.000 Angstroms.

15. 22ª.- Procedimiento según la reivindicación 21, caracterizado porque la partícula que comprende dichas alúmina y alúmina monohidratada tiene un largo superior a los 5.000 Angstroms.

23ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado porque la partícula anisométrica comprende talco.

20. 24ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 19, caracterizado porque el sólido policristalino comprende sílice.

25ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 18 ó 23, caracterizado porque el sólido policristalino comprende fosfato de aluminio.

25. 26ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17 ó 20 a 22, caracterizado porque el sólido policristalino comprende alúmina.

30. 27ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las partículas anisométricas se orientan haciendo pasar la dis-

380809²³



persión de dichas partículas en la fase líquida a través de una boquilla de extrusión.

5. 28ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 27, caracterizado porque las partículas anisométricas se orientan por fibrilación de la fase líquida.

29ª.- Procedimiento según la reivindicación 28, caracterizado porque la fase líquida se fibrila por extrusión a través de una hilera.

10. 30ª.- Procedimiento según la reivindicación 28, caracterizado porque la fase líquida se fibrila por estirado.

15. 31ª.- Procedimiento para la orientación de cristalitas en sólidos inorgánicos policristalinos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 22 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

23 JUL. 1970

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

A. GOMEZ ACEBO Y MODEI
Firmador: F. Hernández Ret.

20.