

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedida el [ ] de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

ES	(11) NUMERO	(10) A1
	(21) 481.190	
	(22) FECHA DE PRESENTACION	
	1-6-79	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
26313/78	3-6-78	Gran Bretaña
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(52) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO1B 33/24	
(54) TITULO DE LA INVENCION		
"UN METODO DE PREPARAR SILICATO TRICALCIO DIHIDRATADO MICRO FIBROSO".		
(71) SOLICITANTE (S)		
TURNER & NEWALL LIMITED		(Case No. T&N 1701)
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
20, St. Mary's Parsonage, Manchester M3 2NL, Inglaterra		
(72) INVENTOR (ES)		
Alan William Atkinson, Janet Margaret Lancaster y Alan James Hall.		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE		
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ		(P.- 72.126)

**CADUCADO**

**POOR QUALITY**

1                   Esta invención se refiere a la preparación de silicato tricálcico dihidratado en forma microfibrosa.

5                   El silicato tricálcico dihidratado en forma microfibrosa puede prepararse calentando a una temperatura superior el punto de ebullición normal (y por lo tanto bajo presión elevada) una suspensión acuosa de silicato tricálcico anhidro, o una suspensión acuosa de una mezcla de un silicato de calcio hidratado menos básico e hidróxido de calcio.

10                   La presente invención utiliza un material de partida más barato. Según la invención, se prepara silicato tricálcico dihidratado microfibroso calentando por encima del punto de ebullición normal una suspensión de sílice cristalina en una suspensión acuosa de hidróxido de calcio, siendo la proporción molar  $\text{Ca}(\text{OH})_2 : \text{SiO}_2$  no menor de 2,5:1. De la suspensión acuosa resultante de producto microfibroso, puede separarse agua en forma líquida (por ejemplo por filtración) y el producto puede secarse después. Sin embargo, para algunos fines, la suspensión acuosa de producto puede usarse directamente, preferiblemente después de lavar por decantación.

20                   La sílice cristalina (preferiblemente cuarzo) puede mantenerse en suspensión por agitación suave; una agitación demasiado vigorosa reduce el rendimiento de producto en forma microfibrosa. La concentración de sílice en la suspensión está preferiblemente en el intervalo de 0,5 a 5% en peso.

25                   Según una característica particularmente preferida, la proporción molar  $\text{Ca}(\text{OH})_2 : \text{SiO}_2$  empleada está en el intervalo de 3:1 a 5:1, y particularmente 3:1 a 4:1;

30

1 estas condiciones favorecen la formación de un producto en  
el que una alta proporción de las fibras tienen una propor-  
ción dimensional (es decir longitud:diámetro) de 100:1 o  
5 más, una propiedad útil que hasta ahora no ha sido posible  
obtener consistentemente según procedimientos de la técnica  
anterior. Una proporción molar  $\text{Ca}(\text{OH})_2 : \text{SiO}_2$  mayor de  
6:1 tiende a reducir la proporción dimensional a menos de  
25:1.

10 La obtención de un producto con fibras de  
una proporción dimensional deseablemente alta se facilita  
incluyendo en la suspensión un material disuelto que favo-  
rece el crecimiento de la fibra en el sentido de la longi-  
tud, por ej. una sustancia de reacción fuertemente alcali-  
na tal como un hidróxido de metal alcalino, particularmen-  
15 te hidróxido de sodio o de potasio. Tal material (un "moó-  
ficador de tendencia") se incluye adecuadamente en una can-  
tidad que constituye de 0,5 a 15% del peso de los sólidos  
totales presentes.

20 La temperatura a la que la suspensión se ca-  
lienta es preferiblemente de al menos 170°C, y se prefie-  
ren particularmente las temperaturas en el intervalo de  
170-270°C.

25 La presión empleada es, convenientemente,  
simplemente la del vapor de agua saturado a la temperatu-  
ra empleada.

30 El producto microfibrroso obtenido por el mé-  
todo de la invención es útil como sustituto del amianto  
por ejemplo como refuerzo para materiales termoplásticos  
(por ej. PCV, polipropileno, nylon) y termoestables (por  
ej. poliésteres, resinas epoxídicas, resinas de fenolfor-

1 maldehído), como aislamiento, como material de soporte de catalizadores, y como formador de banda en los procedimientos de fabricación de papel y en el proceso Hatschek para fabricar productos cementosos en lámina.

5 La invención se ilustra además por medio del Ejemplo siguiente, y haciendo referencia a la figura anexa.

Ejemplo

10 Se añadió cuarzo en polvo (10 g; el 98,6%  
atravesaba un tamiz de abertura de 251 micras, el 50% atravesaba 53 micras) a una suspensión acuosa de hidróxido de calcio (41 g) en disolución acuosa de hidróxido de sodio (1.000 ml, que contenían 0,7 g de NaOH) en un autoclave de 1,1 litros provisto de un agitador de paletas que se adaptaba perfectamente a las paredes y la base del recipiente, con una tolerancia de alrededor de 5 mm. El autoclave se cerró y el agitador se hizo girar (60 rpm) para dar una suave agitación. Durante 2 horas, la temperatura se elevó a 260°C bajo presión de vapor de agua saturado, y se mantuvo en 260°C durante 4 horas. Durante 1,5 horas, continuando la agitación a 60 rpm, el autoclave se enfrió a la temperatura ambiente por medio de un serpentín de enfriamiento, y el producto (en forma de una suspensión) se lavó con agua. La separación de agua por filtración dió el producto sólido, que se secó a 80°C durante 12 horas. Se prepararon muestras del producto (un sólido blanquecino) para microscopía electrónica triturando suavemente el sólido bajo agua, agitando y dejando que se evaporasen gotas de la suspensión acuosa resultante sobre rejillas de muestra convencionales. La Figura anexa a esta memoria descriptiva es una microfotografía electrónica por transmisión (aumento = 10.725) que

15  
20  
25  
30

1 muestra las fibras de silicato tricálcico dihidratado. Las  
fibras presentes (que se estimó que constituían el 90% del  
producto) eran de una longitud media de 85 micras, y tenían  
una proporción dimensional media de alrededor de 500:1.

5 Las fibras no se afectaron apreciablemente  
por reposo durante 3 meses en un medio acuoso de pH 12,5,  
tal como se forma en la fabricación de productos cementosos  
en lámina a partir de suspensiones acuosas de cemento. Cuan  
do se usaron para el proceso Hatschek de fabricación de ta  
10 les productos en lámina, las fibras dieron un velo excelon  
te cuando se incorporaron en una composición formadora de  
suspensión que comprendía arcilla plástica (15% en peso),  
refuerzo de fibra de carbono de 10 mm. (1,4%), pasta de ce  
lulosa (1,5%) y fibra de silicato tricálcico dihidratado  
15 (3,5%), siendo el resto cemento Portland. En ausencia de  
la fibra de silicato tricálcico dihidratado, el obtener  
una capacidad equivalente de formación de banda requirió  
un aumento en el contenido de pasta de celulosa (inflama-  
ble) hasta alrededor de 3% en peso.

20

25

30

1

REIVINDICACIONES

5

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

1ª.- Un método de preparar silicato tricálcico dihidratado microfibroso, en el que una suspensión de sílice cristalina en una suspensión de hidróxido de calcio se calienta por encima del punto de ebullición normal, siendo la proporción molar  $\text{Ca}(\text{OH})_2:\text{SiO}_2$  no menor de 2,5:1.

15

2ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que la proporción molar  $\text{Ca}(\text{OH})_2:\text{SiO}_2$  está en el intervalo de 3:1 a 5:1.

20

3ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que la proporción molar  $\text{Ca}(\text{OH})_2:\text{SiO}_2$  está en el intervalo de 3:1 a 4:1.

25

4ª.- Un método según la reivindicación 1ª, 2ª ó 3ª, en el que la suspensión se calienta a una temperatura de al menos 170°C.

5ª.- Un método según la reivindicación 4ª, en el que la suspensión se calienta a una temperatura en el intervalo de 170 a 270°C.

30

6ª.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, en el que la sílice empleada es cuarzo.

7ª.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 6ª, en el que la suspensión acuosa con

1 tiene un modificador de tendencia en estado disuelto.

8a.- Un método según la reivindicación 7a, en el que el modificador de tendencia es una sustancia fuertemente alcalina.

5 9a.- Un método según la reivindicación 8a, en el que el modificador de tendencia es hidróxido de sodio o de potasio.

10 10a.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1a a 9a, en el que el contenido de sílice cristalina en la suspensión es de 0,5 a 5% en peso.

11a.- "UN METODO DE PREPARAR SILICATO TRICALCICO DIHIDRATADO MICROFIBROSO".

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 29 JUN 1979

P.A.

20 **Alberto de Elizaburu**  
Por Poder

25

30



*Alberto*  
Alberto de Elizaburo  
Por Poder,