

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 471 443**

51 Int. Cl.:

C03B 37/005 (2006.01)

C03C 12/00 (2006.01)

B22F 1/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.09.2008** **E 08806384 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.04.2014** **EP 2203394**

54 Título: **Escamas de vidrio**

30 Prioridad:

24.09.2007 GB 0718472

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.06.2014

73 Titular/es:

WATKINSON, CHARLES (100.0%)
BRIDGE COTTAGE LONG LANE GREAT HECK
YORKSHIRE DN14 0BE, GB

72 Inventor/es:

WATKINSON, CHARLES

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 471 443 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Escamas de vidrio

Campo de la invención

Esta invención se refiere a escamas de vidrio, en particular a escamas o partículas que tienen un espesor pequeño.

5 Antecedentes de la invención

Se conoce un método de producir escamas de vidrio que hace uso de una copa centrifugadora para producir una película plana de vidrio fundido que emana radialmente del borde de una copa centrifugadora. La película es suministrada entre dos placas, que forman un venturi anular, y es superenfriada con aire forzado. La película se rompe debido a la corriente de aire de alta velocidad y al arrastre (resistencia friccional) impartido por ésta. Un método y un aparato de este tipo para realizar esto es el objeto del documento EP 0 289 240.

Los parámetros implicados en la producción exitosa de una escama de vidrio plano de espesor uniforme según el método descrito en el documento EP 0 289 240 son variados y complejos. Se ha encontrado que estos incluyen los siguientes:

- Composición, temperatura de fusión y viscosidad del vidrio
- 15 • temperatura del vidrio en el tanque de fusión
- flujo másico del vidrio que deja el tanque y entra en la copa
- temperatura del vidrio que entra en la copa
- distancia entre la salida del tanque de vidrio y la entrada a la copa
- diámetro y profundidad de la copa
- 20 • propiedades de disipación térmica de la copa
- velocidad rotacional de la copa
- distancia entre el borde de la copa y la entrada al venturi radial
- distancia entre las placas que forman el venturi radial
- diámetro de las placas venturi
- 25 • volumen y presión de aire aspirado entre las placas venturi
- temperatura del aire que fluye entre las placas venturi
- diámetro y construcción del colector de ciclón

Estos parámetros pueden modificarse todos ellos con el resultado de que se producen o no escamas de vidrio. Las escamas, si se producen, pueden ser planas u onduladas. Las escamas pueden tener una variación sustancial en espesor o ser muy consistentes en espesor. Las escamas pueden ser grandes o pequeñas en sección transversal y/o espesor.

Utilizando dicho método y con un control apropiado de los parámetros anteriormente mencionados, fue inicialmente posible preparar escamas que tenían un rango de espesor medio de 1 a 10 μm . Otro trabajo de desarrollo dio como resultado la capacidad de producir escamas que tenían un espesor medio de 350 nm a 1 μm .

35 Sin embargo, tal método no pudo utilizarse para la fabricación de escamas de sílice (vidrio) de un espesor medio por debajo de alrededor de 350 nm.

Con vistas a producir escamas por debajo de alrededor de 350 nm, el aparato descrito en el documento WO 2004/056716 prevé el calentamiento de la corriente de vidrio descendente desde el tanque de fundición haciendo pasar una corriente eléctrica a través de dicha corriente entre un electrodo superior cerca del caño de salida del tanque de fundición y una conexión eléctrica inferior fijada al dispositivo centrifugador. Sin embargo, hay una serie de desventajas asociadas con tal aparato. En primer lugar, tal equipo requiere típicamente un voltaje muy alto (típicamente más de 5.000 V y, en muchos casos, hasta 10.000 V) para asegurar un calentamiento suficiente y esto crea un riesgo muy serio de electrocución para el operario. En segundo lugar, tal equipo deja con frecuencia de funcionar eficientemente durante tiradas de producción prolongadas. Sin desear vincularse a ninguna teoría, se cree

que esto es debido a que la corriente de vidrio caliente que entra en la copa se solidifica en contacto con la masa mucho más fría de la copa centrifugadora y forma una capa eléctricamente aislante que reduce ampliamente la cantidad de corriente eléctrica que sube por la corriente de vidrio descendente, reduciendo así también el calentamiento asociado.

- 5 El documento WO 2004/056716 prevé también el calentamiento de la corriente de vidrio descendente por el uso de calentamiento por inducción de RF, pero ese método se ha encontrado que es ineficiente y difícil de implementar efectivamente en la producción.

El documento EP201730 se refiere a un relleno de vidrio en escamas y a una composición de resina que comprende éste.

- 10 El documento US 5.294.237 se refiere a un procedimiento para producir escamas de vidrio.

Planteamientos de la invención

Las escamas

Según la presente invención se proporcionan escamas de vidrio que tienen un espesor medio de 40 a 200 nm, en donde al menos el 80% de las escamas está dentro del 20% del espesor medio nominal.

- 15 Preferiblemente, la relación de aspecto de la dimensión transversal máxima al espesor es de 50:1 a 25.000:1, preferiblemente de 50:1 a 1500:1.

Las escamas de acuerdo con la presente invención están compuestas de vidrio, siendo un ejemplo el vidrio ECR. Otros ejemplos son vidrio C, vidrio E y vidrio LA.

Método de hacer las escamas

- 20 A fin de fabricar escamas de vidrio según la invención, con un bajo espesor y/o una baja distribución de espesor, se ha descubierto que es necesario controlar con cuidado los siguientes parámetros:

- composición, temperatura de fusión y viscosidad del vidrio
- temperatura del vidrio en el tanque de fusión
- flujo másico del vidrio que deja el tanque y entra en la copa

- 25
- temperatura del vidrio que entra en la copa
 - distancia entre la salida del tanque de vidrio y la entrada a la copa
 - diámetro y profundidad de la copa
 - propiedades de disipación térmica de la copa
 - velocidad rotacional de la copa

- 30
- distancia entre el borde de la copa y la entrada al venturi radial
 - distancia entre las placas que forman el venturi radial
 - diámetro de las placas venturi
 - volumen y presión de aire aspirado entre las placas venturi
 - temperatura del aire que fluye entre las placas venturi

- 35
- diámetro y construcción del colector de ciclón

La presente invención proporciona un equipo para hacer escamas de vidrio, comprendiendo el equipo una copa montada para rotación alrededor de un eje longitudinal, medios para alimentar vidrio fundido a dicha copa, medios para girar dicha copa alrededor de dicho eje, con lo que se provoca que una película de vidrio fundido emane radialmente del borde de dicha copa, medios de aislamiento que se extienden al menos parcialmente alrededor de dicha copa, y opcionalmente medios para calentar la copa mientras está girando, comprendiendo además dicho equipo unas placas que forman un venturi anular y destinadas a recibir la película de vidrio fundido, siendo de 10 a 40 75 mm la distancia entre el borde la copa y la entrada a las placas del venturi anular.

Para hacer escamas de vidrio según la invención se ha encontrado además que es necesario hacer funcionar el tanque de fusión a temperaturas más altas en el rango de 1050 a 1600°C.

5 Se ha encontrado además que para producir tales escamas es particularmente importante controlar muy cuidadosamente (i) la temperatura de la corriente de vidrio que deja el tanque de fusión, (ii) el flujo másico de la corriente de vidrio, (iii) la pérdida de calor del vidrio en la copa centrifugadora y (iv) la centrifugación de la película fundida y su estiramiento (antes de que esté superenfriada y se divida en escamas).

En relación con el control de la temperatura de la corriente de vidrio que deja el tanque de fusión dentro del rango deseado, es importante reducir la cantidad de pérdida de calor a un nivel muy bajo.

10 Se ha encontrado que el vidrio fundido pierde una gran cantidad de calor en la copa centrifugadora, que está hecha de metal y tiene propiedad de alta masa, alta conductividad y alto calor específico con relación a la cantidad de vidrio fundido en ella en cualquier momento individual durante el proceso de producción. La cantidad de pérdida de calor en copas conocidas, si bien es deseable para la producción de escamas más gruesas, se ha encontrado sorprendentemente que es un factor limitativo de la delgadez de las escamas que pueden hacerse con equipos conocidos. Para reducir el espesor de la escama resultante a fin de producir escamas según la invención, se ha encontrado que es necesario aislar la copa para impedir la pérdida de calor. Además, se ha encontrado que es deseable disponer unos medios para calentar la copa.

20 Por el uso de un aislamiento de este tipo y, opcionalmente, de un calentamiento, es posible obviar el uso de un calentamiento externo de RF (microondas) de la corriente de vidrio descendente (del tipo descrito en el documento WO 2004/056716) o bien esto puede lograrse con una altura de caída incrementada del vidrio, facilitando así la simplicidad de maniobra del equipo por parte del usuario.

25 En una realización preferida de la invención, se utilizan tanto un calentamiento de RF externo como un aislamiento y calentamiento de la copa. La interacción entre tales elementos permite que el vidrio deje la copa y entre en las placas venturi a una temperatura mucho más alta que con métodos conocidos y permite la producción de escamas pequeñas con un espesor medio en el rango de 10 a 350 nm. Sin desear vincularse a ninguna teoría particular, se cree que el calentamiento externo del vidrio, durante su descenso desde el fundidor, asegura que la copa aislada y opcionalmente calentada permanezca a una temperatura mucho más alta, permitiendo así que el vidrio saliente se transforme en escamas más delgadas al pasar a través de las placas venturi.

La copa

30 Se describirá ahora con más detalle el aislamiento de la copa haciendo referencia a la figura 1 de los dibujos que se acompañan, que es una sección longitudinal a través de parte del equipo de la presente invención.

La copa 1 se fabrica a partir de, por ejemplo, un acero adecuado pero podrían utilizarse otros metales, tal como platino, y también otras aleaciones. Al formar la parte superior de la copa se obtiene una porción superior 2. La porción superior tiene una sección cónica central 3 retirada. El diámetro de la sección retirada 4 es de 48 mm en la parte superior y de 28 mm en la parte inferior y la profundidad interna de la copa 1 es de 15 a 16 mm.

35 La porción superior 2 es separable de una porción inferior 6 y está conectada fijamente con ésta. La porción inferior 6 tiene una sección cilíndrica inferior retirada 7 para conectar de manera separable la porción inferior 6 al árbol de accionamiento de salida de un motor eléctrico (no mostrado).

40 Para producir escamas según la invención, es necesario disponer un aislamiento muy efectivo alrededor de la sección cónica central 3. Un aislamiento, que es suficiente para permitir que se consiga esto, se muestra en la figura 1 (8a y 8b). La porción superior 3 tiene un rebajo cilíndrico 9 mecanizado en ella. Materiales adecuados para uso como aislamiento incluyen una manta de fibra cerámica de alta temperatura. Para mantener el aislamiento 8a en su sitio, se ha previsto una sección exterior 1 sustancialmente cilíndrica de ajuste estrecho que es capaz de conectarse de forma separable o permanente a la porción superior 2 por medios de conexión conocidos, tales como pernos (no mostrados), o por soldadura.

45 Para hacer consistentemente escamas según la invención, se ha encontrado que puede utilizarse ventajosamente un aislamiento adicional 8b en el extremo inferior de la sección cónica central 3. Éste se encaja en un rebajo mecanizado 11 y se mantiene en su sitio cuando se conecta la porción inferior 6 a la porción superior 2 por medios de conexión conocidos, tales como pernos (no mostrados), o por soldadura.

El dispositivo de calentamiento

50 Se describirá ahora con más detalle el dispositivo de calentamiento para la copa haciendo referencia a las figuras 2 y 3 de los dibujos que se acompañan.

La figura 2 muestra un dispositivo de calentamiento adecuado que comprende una bobina 1 encajada estrechamente alrededor de la copa centrifugadora 2 y conectada a un generador de RF (microondas) 3 que, en

funcionamiento, induce energía directamente hacia la copa metálica 2.

5 La figura 3 muestra una agrupación ordenada alternativa de chorros de llama de gas 1 dirigidos hacia dentro desde un quemador 3 de tubo anular (alimentado con una mezcla de gas 4 a lo largo de un tubo de suministro de gas 5) sobre la superficie exterior de la copa 2 para calentarla o reducir simplemente la pérdida de calor de la copa centrífugadora.

El método preferido es el método de calentamiento por RF descrito anteriormente e ilustrado en la figura 2, ya que, al usarlo, no hay riesgo de que los chorros de gas precalienten inadvertidamente la corriente de aire de enfriamiento que fluye hacia las placas venturi y entre ellas. Tal precalentamiento puede hacer imposible o difícil producir (consistentemente) las escamas deseadas.

10 **Ejemplos**

Se darán ahora ejemplos del método que utiliza el aparato según la invención

Ejemplo de referencia 1

	Tipo de vidrio	Vidrio ECR
	Temperatura del vidrio a la salida del tanque	1230 C
15	Altura de caída	400 mm
	Intersticio de placas venturi	10 mm
	Presión de aire	380 mm de columna de agua
	Diámetro de copa	48 mm
	Tipo de copa	Aislado
20	Velocidad de copa	5000 RPM
	Espesor medio de escamas producido	350 nm

25 En relación con el control del flujo másico de la corriente de vidrio que deja el tanque de fusión, éste puede también incrementarse o reducirse y, por tanto, controlarse utilizando preferiblemente una boquilla que esté sobredimensionada en relación con la magnitud del flujo deseado. Se enfría dicha boquilla, solidificándose así el vidrio en el diámetro exterior del ánima de la boquilla y constriñendo la corriente de vidrio antes de que se la alimente en una dirección hacia abajo utilizando un aparato de enfriamiento apropiado (por ejemplo, el aparato de enfriamiento descrito en la solicitud de patente WO 2004/056716). Alternativamente, un aparato de válvula de compuerta deslizante puede sujetarse a la parte frontal de la boquilla para controlar el flujo.

Ejemplo 2

30	Tipo de vidrio	Borosilicato LAG6
	Temperatura del vidrio a la salida del tanque	1360° C
	Altura de caída	350 mm
	Intersticio de placas venturi	8 mm
	Presión de aire	420 mm de columna de agua
35	Diámetro de copa	38 mm
	Tipo de copa	Aislado
	Velocidad de copa	6000 RPM
	Espesor medio de escamas producido	100 nm

40 Hay tolerancias más estrechas en el tamaño de la copa y el venturi anular y una velocidad más alta a través del venturi y una presión de aire más baja.

Para cualquier composición de vidrio particular, hay un conjunto de parámetros que producirá una escama plana de espesor consistente. Pueden adoptarse los siguientes rangos y condiciones o al menos algunos de ellos a fin de

producir escamas de vidrio muy delgadas según la invención:

- flujo másico entre 0,2 y 2,5 kilos por minutos
 - temperatura del vidrio en la boquilla de control de 1200 a 1450°C
 - temperatura del vidrio de la copa centrifugadora de 1220 a 1350°C
- 5
- distancia entre la boquilla de control del tanque de fusión y la entrada a la copa centrifugadora de 75 a 500 mm
 - diámetro de la copa centrifugadora de 28 a 48 mm (diámetro exterior)
 - profundidad de la copa centrifugadora de 15 a 60 mm
 - velocidad de rotación de la copa centrifugadora de 5000 a 14000 RPM
- 10
- copa centrifugadora externamente aislada según el ejemplo 2 y/o calentada
 - distancia entre el borde del centrifugador y la entrada al venturi anular de 10 a 75 mm
 - intersticio entre las placas que forman el venturi anular de 2 a 12 mm
 - presión del aire dentro del sistema de 180 a 580 mm de columna de agua

15 Los anteriores son parámetros con los que, para un flujo másico y temperatura dados, es posible producir escamas en nanopartículas dentro de los espesores mencionados anteriormente. La composición del vidrio puede variar ampliamente y es posible también producir escamas de cerámica dentro de estos parámetros, pero utilizando una temperatura de entre 1450 y 1800°C y una copa centrifugadora enfriada. Puede requerirse que los parámetros se modifiquen cuando se producen escamas a partir de metales u otros materiales líquidos bajo calor (fusibles).

Usos de las escamas

20 Las escamas de vidrio de la presente invención pueden ser un componente de otros numerosos materiales, por ejemplo rellenos. Los otros materiales pueden seleccionarse a partir de una amplia variedad de materiales conocidos.

25 El hecho de incorporar escamas de vidrio de la presente invención a otros materiales se ha encontrado sorprendentemente que produce mejoras en las propiedades mecánicas, por ejemplo resistencia al impacto, resistencia al desgaste, resistencia a la tracción, flexibilidad resistencia la compresión y deformación lenta progresiva.

Los materiales que incorporan escamas de vidrio según la invención aquí descrita pueden proporcionar películas y laminados de barrera y evitar la necesidad de un revestimiento de barrera independiente.

30 Además, pueden incorporarse en elastómeros, por ejemplo cauchos de silicona y cauchos naturales, siendo ejemplos las correas transportadoras y los neumáticos.

Las escamas de vidrio descritas aquí pueden incorporarse a materiales de envasado más gruesos que las películas (tales como las utilizadas en la fabricación de botellas) para detener la difusión de gas o pueden utilizarse en lugar de las nanoescamas de arcilla de origen natural para lograr un mejor efecto a un bajo coste.

35 Las escamas de vidrio descritas aquí pueden añadirse a los compuestos y formulaciones utilizadas en la fabricación de recubrimientos de suelo o baldosas de linóleo para mejorar las características de desgaste y la apariencia.

Las escamas de vidrio descritas aquí pueden utilizarse también en los compuestos y formulaciones utilizados en la fabricación de aislamientos de cables eléctricos para proporcionar mejor retardancia del fuego y/o reducir las emisiones de humo.

40 Las escamas de vidrio descritas aquí pueden añadirse además a los compuestos y formulaciones utilizados en la fabricación de los materiales de respaldo de los recubrimientos de suelo y moquetas, por ejemplo los utilizados en aeronaves, de nuevo para proporcionar mejor retardancia del fuego y reducir las emisiones de humo.

Las escamas de vidrio descritas aquí pueden utilizarse en la fabricación de revestimientos, por ejemplo de PTFE, para uso en el revestimiento de sartenes u otros utensilios de cocina, en donde se mejoran tanto la temperatura como la resistencia a los arañazos.

45 Las escamas de vidrio aquí descritas pueden utilizarse en o con compuestos o formulaciones utilizados en la

producción de pastillas y zapatas de freno, con lo que se mejora el agarre friccional y se reduce el desgaste.

Las escamas de vidrio descritas aquí pueden utilizarse además en la fabricación de papel para mejorar la resistencia al desgarre y la resistencia al daño por agua.

5 Las escamas de vidrio descritas aquí pueden utilizarse además en o con compuestos o formulaciones utilizadas en la producción de placas de circuito impreso y circuitería impresa electrónica flexible para mejorar una o más de la resistencia mecánica, la estabilidad térmica y la resistencia eléctrica. Alternativamente, puede fabricarse un producto de resistencia mecánica, estabilidad térmica y/o resistencia eléctrica normales, pero haciendo uso de un material más delgado que conduzca a la reducción de costes.

10 En los usos aquí descritos, la escama de vidrio puede revestirse con un agente dotado de un primer grupo químico que sea reactivo con la escama de vidrio y un segundo grupo químico que sea reactivo con el compuesto o formulación al que se añade la escama de vidrio revestida.

En los usos aquí descritos, puede ser necesario o deseable utilizar agentes o aditivos de pegado, acoplamiento o estabilización conocidos por lo expertos en la técnica relevante para facilitar los usos efectivos de dichas escamas.

REIVINDICACIONES

1. Escama de vidrio que tiene un espesor medio de 40 a 200 nm, en la que al menos el 80% de la escama está dentro del 20% del espesor medio nominal.
2. Escama de vidrio según la reivindicación 1, en la que el espesor es de 10 a 100 nm.
- 5 3. Escama de vidrio según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en la que el espesor es de 40 a 100 nm.
4. Escama de vidrio según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la relación de aspecto de la dimensión transversal máxima al espesor es 50:1 a 25.000:1.
5. Escama de vidrio según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el vidrio es vidrio ECR, vidrio C o vidrio E.
- 10 6. Escama de vidrio según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la escama comprende dos o más óxidos metálicos.
7. Equipo para hacer escamas de vidrio, comprendiendo el equipo una copa montada para rotación alrededor de un eje longitudinal, medios para alimentar vidrio fundido a dicha copa, medios para hacer girar dicha copa alrededor de dicho eje, con lo que se provoca que una película de vidrio fundido emane radialmente del borde de dicha copa, medios de aislamiento que se extienden al menos parcialmente alrededor de dicha copa, y opcionalmente medios para calentar la copa mientras está girando, comprendiendo además dicho equipo unas placas que forman un venturi anular y están destinadas a recibir la película de vidrio fundido, siendo de 10 a 75 mm la distancia entre el borde de la copa y la entrada a las placas del venturi anular.
- 15 8. Equipo según la reivindicación 7, en el que el equipo incluye medios para calentar el vidrio fundido mientras éste está siendo alimentado a la copa.
9. Equipo según la reivindicación 7 o la reivindicación 8, en el que el equipo incluye una vasija para contener vidrio fundido, estando dicha vasija provista de una boquilla para controlar el flujo desde ella, en donde la distancia entre la boquilla de control y la entrada a la copa centrifugadora está entre 75 y 850 nm.
- 20 10. Equipo según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, en el que la profundidad entre las placas que forman el venturi anular es de 2 a 12 nm.
- 25





