

204336

P + 10.110.-

23X/31.511.-



1952

204336

7 3 JUN 1952

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de BRITISH DIELECTRIC RESEARCH LIMITED, entidad
británica, establecida en Norfolk House, Norfolk Street,
Londres, Inglaterra, por:

" UN METODO DE FABRICAR UN MATERIAL
DIELECTRICO ".-

Este invento se refiere a la producción de
material dielectrico en forma de hojas delgadas adecuadas
para su uso en condensadores.

Se han hecho materiales dieléctricos mezclan-
do una sustancia en polvo de alta permitividad (capacidad
inductiva específica) en un medio formador de película
y aplicando este como delgada capa a una superficie y ha-

5



ciendo que sea fijado sobre ella para formar una película que contiene el polvo dispersado en ella. Tal película tiene una permitividad que depende de las proporciones de los constituyentes y de sus permitividades respectivas. La estructura incluye usualmente una proporción bastante grande de espacios rellenos de gas.

El presente invento crea un método mejorado de fabricar dichas películas dieléctricas por el cual se obtienen valores relativamente altos de permitividad y resistencia a la perforación con otras propiedades aceptables y condensadores en los cuales el dielectrico consiste en tales películas. En este método mejorado, se prepara una mezcla con tales proporciones de material formador de película y polvo que en la película, cuando es depositada y seca (si es preciso) el polvo forme del 40 a 60% o más del volumen de los sólidos de la película. La película producida por deposición de esta mezcla sobre un soporte y fijándola luego es sometida a una alta presión y calor simultáneamente, mientras está todavía sobre este soporte o después de haber sido desprendida del mismo. Durante la aplicación de presión la película es calentada a una temperatura a la cual fluye bajo la presión aplicada. La temperatura está con preferencia dentro de 10° C. por encima y 10° C. por debajo del punto de ablandamiento de la mezcla. Este tratamiento consolida la película y reduce los espacios llenos de gas y produce una mejora considerable en el valor de la resistencia a la perforación y de la permitividad. El punto de ablandamiento es según se determina por el procedimiento de ensayo según

204336



las normas A.S.T.M. D.648-45T según han sido publicadas en A.S.T.M. Standards on Plastics, 1.948, pag. 309.

5 Tales mezclas, cuando se depositan para formar una película, pueden contener a menudo, según se demuestra, entre 20 a 30% en volumen de espacios llenos de gas. Estos pueden ser reducidos a 10% o menos por alta presión combinada con calentamiento a una temperatura a la cual tiene lugar un ablandamiento suficiente de la película. Se prefiere enfriar la película a una temperatura por debajo de 10 su temperatura de ablandamiento o por debajo de la temperatura a la cual fluye bajo la presión aplicada antes de aliviar la presión.

15 El material formador de película usado debe tener buenas propiedades electricas y ser capaz de ser ablandado por el calor; pueden incorporarse plástificantes si es preciso. Debe tener una resistencia a la perforación mayor de 100 kv/cm y una resistencia de aislamiento mayor de 10^{10} ohmios/cm. El valor de sus pérdidas dielectricas no es crítico, pudiendo variar desde una pequeña fracción de 1% a 20% 20 o más. Aunque la mayor contribución al valor de la permitividad del material compuesto es hecha por el polvo, la del material formador de la película no es despreciable y la elección del material puede hacerse de modo que se obtenga un valor de permitividad en la gama superior si esto puede 25 hacerse sin sacrificio de otras propiedades. Materiales adecuados formadores de película son, por ejemplo, el polivinilformal, el polivinilacetato, o el acetato de celulosa, que pueden estar plástificados, por ejemplo, con ftalato de

204336



butilo. Se dispone de una gran gama de otros materiales, tales como los esteres y éteres de celulosa y polímeros acrílicos y vinílicos.

5 El polvo tiene una permitividad de 100 o más y, con preferencia, de aproximadamente 1.000 o más. Por ejemplo, puede ser rutilo, titanato de bario o titanato de estroncio, o mezclas de estos materiales, o titanato de bario con la adición de otros materiales tales como titanatos, estannatos y zirconatos que han sido descritos en publicaciones como materiales que confieren propiedades deseables al dieléctrico. Al formar la mezcla, como preparación para hacer la película, se empleará usualmente la solución o suspensión de los ingredientes, siendo expulsado el medio líquido por el calor después de la deposición de la película, 10 la película puede ser depositada haciéndola fluir a encima de la superficie o por inmersión de la superficie en la solución y retirándola con lentitud está en un plano sustancialmente vertical. 15

20 Los ejemplos siguientes ilustran métodos de fabricar películas de acuerdo con el invento y métodos de usar tales películas como componentes de condensadores.

E J E M P L O I.

25 Se prepara primero una laca de la siguiente composición:

Acetal de polivinilo, por ejemplo, Alvar 770	33,3 grs:
Ftalato de dibutilo	6,7 "

204336



60 gras.

Metil-etil cetona

A partir de esta laca se prepara una sustancia que tenga algunas de las propiedades de la pintura y a la que en lo que sigue se hace referencia, en gracia a la conveniencia, como "pintura", por molienda en molino de 5 bolas de la mezcla siguiente durante 8 horas:

Titanato de bario	62 grs.
Laca	30 "
Alcohol diacetónico.	30 "

10 El contenido en titanato de bario es de 50% en volumen de los sólidos de la película seca. Se preparan muestras recubriendo un papel metálico o una hoja de vidrio por inmersión en la pintura y retirándola lentamente a velocidad constante, un valor satisfactorio de la cual es el de 0,14 cm. por 15 segundo. Se preparan recubrimientos por una o más inmersiones. En el último caso, después de la primera inmersión la película se seca al aire hasta un estado no pegajoso y luego se cuece durante 30 minutos a 90° C. antes de aplicar la segunda capa. Se usan placas de vidrio cuando se requie- 20 ren películas no soportadas. Para arrancar la película desde el vidrio se hace un corte limpio a lo largo de los bordes del recubrimiento seco y la placa recubierta se sumerge en una solución débil de Teepol en agua. La solución penetra por debajo del recubrimiento, de modo que puede des- 25 prenderse fácilmente de su soporte.

Pueden emplearse otros métodos para desprender la película de pintura seca, por ejemplo, el uso de un recubrimiento subyacente de gelatina soluble. Con algunas



JUL 1952

fórmulas de pintura, el empleo de placas metálicas fuertemente pulidas como soportes permite que la película sea desprendida en seco. Esto puede hacerse también si se usan como soportes polietileno o celofán. La producción continua de películas de pintura soportadas o no, puede efectuarse si se desea. En el caso de película no soportada, la película de pintura puede colarse sobre una correa en movimiento, por ejemplo, una correa sin fin, de polietileno o celofán empleando una espátula para controlar el espesor de la película.

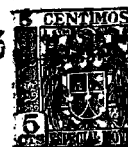
La resistencia a la perforación de muestras preparadas como arriba se ha descrito se mide entre un papel metálico unido a un lado de la película y una esfera de latón de 1,25 cm. de diámetro, aplicada al otro lado. El ensayo se hizo bajo aceite por el método de "corta duración".

Se hacen ensayos de las películas tal como se producen originalmente y después de someterlas a presión de 800 Kgs./cm² a una temperatura de 80° C.

La Tabla siguiente muestra las características eléctricas de la película antes y después de la compresión estando su grueso después del prensado en la gama de 0,01 a 0,02 cm.

Antes de la compresión.		Después de la compresión.	
Permitividad K	Resistencia a la perforación kv/cm.	Permitividad K	Resistencia a la perforación kv/cm.
30	176	36	250

204336

EJEMPLO 2.

Se prepara una pintura de la composición siguiente:

5	Titanato de bario	93 grs.
	Laca	30 "
	Alcohol diacetónico.	30 "

La laca tiene la composición mostrada en el Ejemplo 1.

El método de preparar la pintura y las muestras de película es como se ha dado en el Ejemplo 1. Las características eléctricas de muestras de película preparadas como se ha descrito en el Ejemplo 1 muestran a continuación:

15		Después de la compresión	
Antes de la compresión			
Permitividad K	Resist. a la perforación kv/cm.	Permitividad K	Resist. a la perforación kv/cm.
39	145	60	230

20

EJEMPLO 3.

Se compuso una pintura de la fórmula siguiente:

25	Titanato de bario	40 grs.
	Polivinilnormal, p. e. Formvar 1595	4 "
	Tricloroetileno	44 "
	Alcohol diacetónico	28 "

Después de disolver el polímero en los disolventes y añadir

204336



1952

el pigmento a la solución, la mezcla se molió en molino de bolas durante 8 horas.

5 Películas hechas a partir de esta pintura se comprimieron cuando estuvieron secas por presión a 840 Kgs/cm² a una temperatura de unos 140° C. y se comprobó después de este tratamiento que tenían una permitividad de aproximadamente 50 y una resistencia a la perforación de aproximadamente 800-900 kV/cm. para gruesos de película de aproximadamente 30 - 40 micras.

10 EJEMPLO 4.

La fórmula de la pintura es como sigue:

15 Titanato de bario	144	grs.
Acetato de celulosa (calidad de viscosidad media o baja)	7	"
ftalato de dibutilo	7	"
Metil etil cetona	24	"
Alcohol diacetónico	60	"

20 El acetato de celulosa y el ftalato de dibutilo se disuelven en la metil etil cetona, se añade al alcohol diacetónico y el conjunto se muele en molino de bolas durante 8 horas con el titanato de bario.

25 Pueden hacerse condensadores apilando placas metálicas recubiertas con esta pintura y prensándolas.

Se obtienen los resultados siguientes con un condensador que consiste en 9 placas de aluminio de 7 cm. de longitud, midiendo 6 x 2,5 cm. el área recubierta, estando



1952

5 sin recubrir una extremidad de cada placa. Las placas se apilan juntas con las extremidades no recubiertas sobreañaliendo alternadamente a cada lado. La pila se comprime a 120° C. y presión de 800 kgs/cm² durante unos 5 minutos. Los extremos desnudos se conectaron entre sí de modo que cada lado formó un electrodo del condensador.

10 El espesor medio de las capas dieléctricas es de 0,0097 cm. La capacitancia de la pila es de 0,059 mF, y se estimó la permitividad de la película de pintura como de 54. Un método alternativo de hacer condensadores es apilando placas metálicas recubiertas en ambos lados con esta pintura, alternando con placas metálicas sin recubrir y p~~en~~sándolas.

15 Un tercer método de hacer los condensadores de acuerdo con el invento es alternar papeles con películas no soportadas que no han sido sometidas a presión, y someter luego el conjunto a calor y presión.

20 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, son fecha 1º de Agosto de 1951 bajo el número 18.250/51, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

- ooo 0 ooo -

204336



1952

- N O T A -

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

5 1º.- El método de fabricar una hoja delgada
o película dieléctrica que comprende preparar una mezcla de
un material termoplástico formador de película que tiene
buenas propiedades electricas y un polvo de alta permitivi-
dad, depositar esta mezcla sobre un soporte y secarla o de-
10 jarla que se seque, siendo tal el contenido en polvo que
forme 40% o más en volumen del contenido de sólidos de la
hoja o película así obtenida, y someter la hoja o película
mientras está todavía sobre el soporte o después de retirar-
la del soporte, a alta presión y simultáneamente calentarla
15 a una temperatura a la cual la mezcla fluye bajo la presión
aplicada, con lo cual se obtiene una hoja o película que con-
tiene 10% o menos en volumen de espacios llenos de gas.

20 2º.- El método de fabricar una hoja delgada
o película dielectrica que comprende preparar una mezcla
de un material termoplástico formador de película que tiene
buenas propiedades electricas y un polvo de alta permitivi-
dad, depositar esta mezcla sobre un soporte y secarla o de-
jarla que se seque, siendo tal el contenido en polvo que

204336

-800



forme 40% o más en volumen del contenido en sólidos de la hoja o película así obtenida, y calentar la hoja o película mientras está todavía sobre el soporte o después de retirarla del soporte a una temperatura dentro de 10° C. por encima o por debajo de su punto de ablandamiento y someterla simultáneamente a una presión suficientemente grande para hacer que la mezcla fluya a la temperatura a la cual es calentada.

32.- El método de fabricar una hoja delgada o película dieléctrica que comprende preparar una mezcla de un material termoplástico formador de película que tiene buenas propiedades eléctricas y un polvo de alta permitividad depositar esta mezcla sobre un soporte y secarla o dejarla que se seque, siendo tal el contenido en polvo que forme 40% o más en volumen del contenido en sólidos de la hoja o película así obtenida, y calentar la hoja o película mientras esté todavía en el soporte o después de retirarla del soporte a una temperatura dentro de 10° C. por encima o por debajo de su punto de ablandamiento y someterla simultáneamente a una presión de unos 800 Kgs./cm² o más.

42.- El método de fabricar un condensador eléctrico, que comprende recubrir dos o más placas metálicas con una mezcla de un material termoplástico formador de película que tiene buenas propiedades eléctricas y un polvo de alta permitividad y secarla o dejarla secar, siendo tal el contenido en polvo que forme el 40% o más en volumen del contenido en sólidos de la hoja o película así obtenida, apilar las placas recubiertas y someter la pila a alta presión esencialmente en ángulo recto con las superficies recu-

204336



biertas y calentarla simultáneamente a una temperatura a la cual la mezcla fluye bajo la presión aplicada con lo cual los espacios llenos de gas en las hojas o películas se reducen a 10% en volumen.

5

52.- El método de fabricar un condensador eléctrico, que comprende formar una película no soportada desde una mezcla de material termoplástico formador de película que tiene buenas propiedades eléctricas y un polvo de alta permitividad, secarla o dejarla secar, siendo tal el contenido en polvo que forme el 40% o más en volumen del contenido en sólidos de la hoja o película así obtenida, alternar papeles metálicos con esta película y someter luego el conjunto a alta presión y calentarlo simultáneamente a una temperatura a la cual la mezcla fluye bajo la presión aplicada, con lo cual los espacios llenos de gas en las hojas o películas se reducen a 10% en volumen.

10

15

20

25

62.- El método de fabricar una hoja delgada o película dieléctrica, que comprende preparar una mezcla de un material termoplástico formador de película que tiene buenas propiedades eléctricas y un polvo de alta permitividad como solución o dispersión en un medio líquido volátil, depositar una capa de la solución o suspensión sobre un soporte por inmersión de una superficie del soporte en el líquido y retirándola lentamente mientras está en un plano sustancialmente vertical, evaporar el medio líquido, repetir las operaciones de inmersión y evaporación si es necesario hasta que se forme una película del grueso requerido, siendo tal el contenido en polvo que constituya el 40% o más en volumen

204336



del contenido en sólidos de la película, y someter luego la película, mientras está todavía sobre el soporte o después de retirarla del soporte, a alta presión y calentarla simultáneamente a una temperatura a la cual la mezcla fluye bajo la presión aplicada, con lo cual se obtiene una hoja o película que contiene 10% o menos en volumen de espacios llenos de gas.

72.- El método de fabricar una hoja delgada o película dieléctrica, que comprende preparar una mezcla de material termoplástico formador de película que tiene buenas propiedades eléctricas y un polvo de alta permitividad en proporciones tales que el polvo forme el 40% o más en volumen del contenido en sólidos de la hoja o película resultante, como solución o dispersión en un medio líquido volátil, depositar una capa de la solución o suspensión sobre un soporte sumergiendo una superficie del soporte en el líquido y retirándola lentamente mientras está en un plano sustancialmente vertical, evaporar el medio líquido, repetir las operaciones de inmersión y evaporación si es necesario hasta que se forme una película del grueso requerido, y calentar luego la película mientras está todavía sobre el soporte o después de retirada de él, a una temperatura dentro de 10° C. por encima o por debajo de su punto de ablandamiento y someterla simultáneamente a una presión de unos 800°Kgs./cm² o más.

82.- Un método de fabricar un material dieléctrico.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que

204336



antecede y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de trece hojas y la presente escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 30 OCT. 1952
P. A.

Alberto de Elizabur
Por Poder

Alberto de Elizabur