

AÑO \_\_\_\_\_

Expediente núm. \_\_\_\_\_

240904



# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

**PATENTE DE** \_\_\_\_\_ **INVENCION.** \_\_\_\_\_

## MEMORIA DESCRIPTIVA

*que se acompaña a la solicitud de*

una **PATENTE DE** \_\_\_\_\_ **INVENCION** \_\_\_\_\_ por 20 años, en España

*a favor de*

**IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED**, entidad \_\_\_\_\_, de nacionalidad  
**inglesa** \_\_\_\_\_ domiciliado en **Imperial Chemical House,**  
~~albergo~~ **Millbank, Londres, Inglaterra.** \_\_\_\_\_ núm. \_\_\_\_\_

*por:*

« **Procedimiento de fabricación de planchas de material  
polímero** ».

Nº 6898

Agente Sr. **Gómez-Acebo y Modet.**

PATENTE DE INVENCION

ICI.57/10.-Case No.12805.

24 0904



*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento de fabricación de planchas de material polímero".

=====

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

=====

Este invento se refiere a la fabricación de hojas o planchas de material polímero. Se relaciona especialmente con la producción de hojas o planchas inicialmente porosas, y que pueden usarse en este estado o, cuando se desee, pueden tratarse ulteriormente para producir hojas o planchas

5.

24 8804



no-porosas.

- Existen distintas propuestas para la producción de hojas o planchas porosas de material polímero. Estos procedimientos pueden dividirse en varias clases; un método
5. consiste sencillamente en aglutinar una capa de material polímero pulverizado, mediante el caldeo; otro consiste en formar una lámina o plancha continua no porosa y perforarla mecánicamente, y un nuevo método es disponer una lámina o plancha que en su composición contenga un material
10. poroso por naturaleza y otro nuevo método, consiste en incorporar a la composición un material que sea soluble o pueda transformarse en solubles, y en eliminarlo por lixiviación. Cada uno de estos métodos tiene sus inconvenientes que pueden ser, separadamente o en combinación,
15. una baja resistencia inherente, una porosidad reducida, un mal control de la porosidad, o un proceso complicado.

- Es bien conocido también el preparar hojas no porosas consistentes de material polímero, y esto se realiza normalmente por calandrado o extrusión. Estos dos
20. procedimientos tienen algunas limitaciones e inconvenientes inherentes. En primer lugar, los polímeros muy duros, tales como el cloruro de polivinilo, precisan corrientemente la adición de un material plastificante con objeto de que el polímero pueda tratarse con mas facilidad y,
25. además, sea posible su tratamiento a temperatura inferior a la que en otras condiciones se precisaría. En segundo lugar, si en el polímero no existe material plastificante, se precisa equipo especial de calandrado para su trabajo y hace falta una temperatura elevada. A causa de estas
30. temperaturas elevadas, el polímero puede sufrir la



24094

degradación e incluso carbonizarse y, por otra parte, si tratando de evitar esta posibilidad, se utiliza una temperatura demasiado baja para hacer adecuadamente plástico el polímero, en las hojas o planchas terminadas pueden aparecer señales de frío y fajas de aire.

5.

En la extrusión de polímeros duros, se tropieza con grandes dificultades, dado que la acción del aparato de extrusión puede llevar a defectos clásicos en este modo de fabricación. Por ejemplo, en el cabezal expulsor,

10.

pueden presentarse "puntos muertos" de modo que en lugar de avanzar a través de la máquina, el polímero puede mantenerse en bolsas o depósitos, carbonizarse y luego contaminar el polímero que circula más allá del deteriorado.

15.

Además dado que se maneja una masa muy grande de polímero desde el primer momento, es difícil conseguir que toda ella adquiera una temperatura uniforme y una mezcla completa. Si no se consigue alguno de estos extremos, se presentan defectos tales como partículas de polímero sin mezclar.

20.

Este invento tiene el objeto de proporcionar un nuevo procedimiento para la fabricación de láminas o planchas polímeras y porosas. Se proporciona también como accesorio de este primer procedimiento, un nuevo medio para la obtención de materiales para las planchas polímeras no-porosas. Este invento puede usarse para proporcionar un

25.

procedimiento destinado a producir planchas de material polímero especialmente eficaces para el tratamiento del agua y otros fluidos y como separadores para las baterías de acumuladores.

30.

La denominación "lámina o plancha" se utiliza a continuación tanto en la memoria como en las reivindicacio-



240904

nes adjuntas, para indicar una gama de espesores desde 0,025 mm. en adelante. Aunque no se prevé la obtención de planchas porosas por debajo de 0,2 mm. de espesor, con resistencia suficiente para los fines prácticos, ciertas planchas no porosas pueden tensarse hasta un espesor muy inferior.

5.

De acuerdo con este invento, se proporciona un procedimiento para la fabricación de hojas de material polímero, que consiste en dos etapas; en la primera, el polímero pulverizado se hace compacto entre rodillos a una temperatura suficientemente baja para la formación de una plancha porosa continua, mientras que a la vez, se adoptan medidas para eliminar la electricidad estática producida por el paso del polímero a través de los rodillos, y la segunda etapa consiste en caldear la plancha porosa continua, para comunicarle una mayor resistencia. El caldeo puede interrumpirse en un punto antes de que las partículas del polímero se fundan en grado suficiente para destruir la porosidad de la plancha, o puede proseguirse hasta que las partículas del polímero se fundan y se unan por completo entre sí para proporcionar una plancha no-porosa.

10.

15.

20.

práctica

En la aplicación/de este invento, es posible incorporar una o más sustancias adicionales, para fines especiales. Por ejemplo, estas sustancias, pueden usarse para tratar fluidos y en este caso el proceso de fabricación de las planchas puede interrumpirse antes del punto en que la plancha pierde porosidad, cuando se precisa una plancha para el paso del fluido a su través.

25.

30.

Este invento puede aplicarse en la práctica



24 0904

haciendo que una sustancia polímera en forma de polvo pase a través de la separación comprendida entre dos rodillos que ejercen una presión considerable sobre el polímero.

En esta etapa, el polímero está por debajo de su temperatura de fusión, y puede encontrarse a la temperatura ambiente o

5.

incluso por debajo de ella. No suelen adoptarse medidas para calentar los rodillos, ya que el calor indebido tendería a hacer que las partículas de polímero se convirtieran en plásticas y se fundieran unas con otras prematuramente

10.

tendiendo de este modo a destruir la porosidad o a dar lugar a un cierto grado de extrusión que da por resultado una lámina o plancha falta de uniformidad y de rotura fácil. Los rodillos pueden calentarse ligeramente por el

15.

trabajo realizado sobre el polímero, pero esto no suele ser contraproducente. Sin embargo, si se desea, los rodillos pueden enfriarse realmente haciendo pasar agua a través de los mismos, aunque esto introduce una complicación que se ha comprobado que no es necesaria. En determinadas circunstancias, puede ser deseable un cierto grado de caldeo,

20.

y esto es aceptable a condición de que se observen por completo las condiciones anteriores.

Se ha comprobado que se produce una carga elevada de electricidad estática por el paso del polímero por entre los rodillos y que si esa electricidad no se elimina, puede deteriorar la plancha cuando abandona los rodillos.

25.

Si la electricidad estática se descarga continuamente, el polímero se convierte en una lámina compacta pero quebradiza y frágil aunque por lo demás coherente, pero demasiado endeble, comunmente, para fines prácticos. La

30.

plancha se traslada a continuación, en un transportador,



**24 0904**

5. haciendola pasar a través de una zona caliente. Si el calor comunicado a la plancha en su paso por dicha zona es suficiente para fundir solamente unas con otras las partes contiguas de las partículas sin hacer que se funda todo el polímero, -o sea que se aglutine o sinterice- la plancha ganará en resistencia, perderá gran parte de su fragilidad y friabilidad reteniendo en cambio en alto grado la porosidad que poseía como agregado de partículas hechas compactas. El caldeo, sin embargo, puede prolongarse más allá de este punto y ser suficiente para fundir todas las partículas de polímero. Entonces se comprobará que se ha formado una plancha consistente <sup>que</sup> en estas condiciones o más adelante, puede embutirse o pulirse por presión.
10. El someter la plancha a tensión puede realizarse también para reducir su espesor y para aumentar su resistencia a la tensión; lo mismo puede conseguirse por el cilindrado en caliente o en frío.
- 15.

Aunque este invento se ha comprobado que puede aplicarse a varios polímeros, se ha visto también que existen unos cuantos factores, cada uno de ellos variable y cada uno de ellos afectando a los demás, que contribuyen al éxito de este invento y a la naturaleza del producto. Estos productos pueden resumirse en:

20.

1. Punto de ablandamiento reblandecimiento del polímero.
25. 2. Tamaño de las partículas del polímero.
3. Forma de las partículas del polímero.
4. Presencia de lubricantes.

Estos aspectos son especialmente importantes en la producción de la plancha porosa que por sí misma es un producto importante de este invento; se tratará de

30.



24 9834

ellos separadamente por conveniencia pero dado que en la práctica no pueden aislarse, su interdependencia se discutirá también más adelante.

5. Una combinación de factores y características, ha de tenerse en cuenta tanto en la elección de polímeros a consolidar como en el tratamiento a usar para obtener un producto consolidado de espesor y densidad dados. El producto compacto poroso friable y quebradizo obtenido antes del caldeo, se denominará a continuación "producto compacto verde".
10. Para obtener un producto compacto verde satisfactorio, el polímero ha de ser termoplástico (o sea termoplástico durante el tratamiento, aunque como en el caso de determinados polímeros tales como la urea-formaldehído, pueda transformarse finalmente en termoestable). El tamaño de las partículas y la distribución del mismo, ejercerán influencia en la porosidad para cualquier polímero dado.
15. Análogamente, la forma de las partículas puede ser también importante para algunos polímeros, y desde luego tiene importancia la presencia de lubricantes.

20. Como se comprenderá, el proceso de consolidación implica la compresión de partículas separadas para colocarlas en íntimo contacto y se comprenderá también que las formas de estas partículas que mejor se prestan al apelmazado e intertrabazón son también las que mejor permiten la consolidación. Se ha observado que las esferas y "cenosferas" son virtualmente inútiles para este procedimiento, mientras que las formas irregulares y dentelladas son ideales para el objeto.

25. El punto de reblandecimiento resulta especialmente importante para algunos polímeros, por ejemplo el
- 30.

240904



5. cloruro de polivinilo y sus copolímeros con acetato de polivinilo y cloruro de polivinilideno, ya que con estos polímeros, un polímero de punto de reblandecimiento elevado se comprenderá que por sí mismo es difícil si no imposible de consolidar. Esto se debe probablemente a que el trabajo realizado sobre las partículas de polímero al pasar entre los rodillos de consolidación, produce solamente una pequeña cantidad de calor y si el punto de reblandecimiento del polímero es demasiado elevado, existe calor insuficiente para ablandar las periferias de las partículas y permitir que se adhieran entre sí. Por el contrario, sin embargo, si el punto de reblandecimiento es muy bajo, el calor desarrollado tenderá a ablandar las partículas en grado demasiado avanzado, y se obtendrá una plancha parcialmente maciza y parcialmente porosa, y por tanto falta de uniformidad.
- 10.
15. Aunque lo anterior resulta cierto para un solo polímero aislado, es sin embargo posible conseguir éxito con polímeros situados en los dos extremos de la escala de puntos de reblandecimiento, por una mezcla adecuada de polímeros que dé por resultado los mismos efectos que si el polímero tuviera por sí mismo las características necesarias, y no es por tanto posible establecer límites precisos en cuanto a los puntos superior e inferior de reblandecimiento de los componentes del polímero principal.
- 20.
25. Esto se discutirá más detalladamente a continuación.
30. El politeno y el poliestireno se ha comprobado que son completamente inadecuados para el procedimiento de este invento, ya que no puede formarse producto compacto verde. Estos polímeros son difíciles de obtener en estado finamente dividido, y aun en estado basto, no puede

240904



obtenerse un producto compacto verde dado que se forma una plancha no porosa cuando el material se hace pasar entre los rodillos.

5. Las distintas formas de los gránulos de metacrilato de polimetilo, son todas partículas esféricas relativamente gruesas, y no forman producto compacto verde ni tampoco una plancha no porosa, sino que pasan por entre los rodillos, sin alterarse. Por el contrario, las partículas de forma irregular de metacrilato de polimetilo
10. obtenidas moliendo metacrilato de metilo completamente polimerizado que se haya preparado en forma de plancha -tal como se vende con el nombre comercial de "perspex"- o polvo de moldeo de metacrilato de metilo, resultan adecuadas; el éxito o el fracaso en la consolidación, se debe a la forma de las partículas del polímero.
15. Las resinas de urea formaldehído, fenolformaldehído y melamina, y sus mezclas con polvo de madera, papel, etc. pueden utilizarse para proporcionar un buen producto compacto verde. Estos productos compactos deben prepararse
20. cuando sus resinas se encuentran en estado termoplástico y antes de realizarse la termoestabilización. El producto compacto verde así obtenido es inútil para fines prácticos, y ha de calentarse hasta que se termoestabilice. Este caldeo se realizará corrientemente en una prensa convencional. Estas resinas, antes de la consolidación, tienen
25. partículas de forma irregular dotadas de una gama intermedia de puntos de reblandecimiento.

30. El cloruro de polivinilo y sus copolímeros con acetato de polivinilo y cloruro de polivinilideno constituyen polímeros especialmente convenientes para los



24 0904

objetos de este invento, y a continuación se trata de ellos con algún detalle, por aclarar mejor la interdependencia de los distintos factores antes citados.

5. El primer punto importante es que estos polímeros se fabrican en forma de polvo con un tamaño de partículas variables desde relativamente grueso a excesivamente fino.

10. Se comprueba que un tamaño de partículas demasiado grande, tiende a impedir la consolidación. El tamaño de partículas, cuando las demás características y condiciones permanecen constantes, determina la porosidad de la plancha o lámina. Virtualmente no existe límite inferior para el tamaño de las partículas,

15. excepto las dos condiciones prácticas de la dificultad mecánica de conseguir tamaños de partículas inferiores a los determinados, y de producir planchas que sean demasiado densas y, por tanto, insuficientemente porosas para que tengan algún valor real, o demasiado

20. delgadas para su manejo. Ha resultado imposible consolidar polímero con una extensión superficial inferior a  $600 \text{ cm}^2/\text{gramo}$ , determinada por el método de permeabilidad al aire discutido por Rigten en Journal of the Society of Chemical Industry, 1943, Vol. 62. pág. 1., pero se ha logrado con polímeros de  $8.000 \text{ cm}^2/\text{g}$ .

25. La lubricación se comprueba que es perjudicial para el proceso de consolidación. Para los fines de este invento, los lubricantes puede considerarse como cualesquiera sustancias que tiendan a mantener las



24 0904

- partículas de polímero separadas unas de otras durante la consolidación. Un lubricante externo, para los fines de este invento, es el que se añade al polvo antes de la consolidación, como parte de la composición; uno de estos
5. lubricantes externos es el estearato cálcico, y la presencia de este material impide por completo la consolidación. Los lubricantes internos, son aquellos ya contenidos dentro del polímero, y pueden impedir la obtención de producto compacto verde o en el mejor de los casos, hacerla
10. más difícil. A continuación se discute este punto.
- El cloruro de polivinilo y sus copolímeros con acetato de polivinilo y cloruro de polivinilideno, pueden prepararse por una serie de procedimientos que en general pueden clasificarse como sistemas de polimerización
15. homogéneos o heterogéneos.
- En los sistemas homogéneos, el monómero o los monómeros se hace que se polimericen, corrientemente, con ayuda de un catalizador de polimerización, bien sin diluyente o bien en presencia de un diluyente orgánico
20. miscible con los monómeros pero corrientemente (aunque no necesariamente) no disolvente para el polímero. El polímero que precipita del sistema de polimerización o que se hace precipitar de éste por la adición de un no-disolvente después de completarse la polimerización,
25. se obtiene en forma muy pura y las partículas son corrientemente aglomerados finos y de forma irregular. Se cree que un cloruro de polivinilo con un 15% de copolímero de acetato de polivinilo, vendido con el nombre comercial de "Vinylite" VYHH, se prepara por este procedimiento
30. (el llamado procedimiento de "solución"). Este material

24 08 54



- que tiene una extensión superficial de unos 900 cm<sup>2</sup>/g. y un valor o índice K de Fikentscher de 46 aproximadamente, produjo un excelente producto compacto verde resistente. La facilidad de consolidación se cree que se debe en gran parte a la ausencia de residuos de polimerización que tenderían a actuar como lubricantes.
- 5.
- En los sistemas de polimerización heterogéneos, las sustancias monómeras están generalmente dispersas en agua para ayudar a la dispersión del calor, y producir material en la forma física deseada. Estos sistemas se dividen en dos clases principales: en el caso de polimerización granular o en suspensión, los monómeros tienen en ellos disuelto un catalizador, y se dispersan en agua que contenga un coloide protector tal como gelatina o alcohol polivinílico. El polímero se obtiene corriente-mente de este proceso por filtración, de modo que puede lavarse para eliminar del mismo algunas de sus impurezas, antes del secado. Un polímero preparado por este proceso granular pero por lo demás análogo en características al tipo de polímero de solución antes indicado, se comprobó que proporcionaba un producto compacto verde razonable, pero de calidad no tan buena como la "Vinylite" VYHH. Un ejemplo de este tipo de polímero granular es el vendido con el nombre comercial de "Corvic" R46/82. Los polímeros granulares de cloruro de polivinilo solos, se consolidan peor que los copolímeros, aunque en algunos casos se consigue un producto compacto verde adecuado; especialmente con el producto vendido con el nombre comercial de "corvic" D65/6.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
30. En el otro sistema heterogéneo de polimerización,

240804



- conocido como polimerización en emulsión, se usa un catalizador soluble en agua, tal como el persulfato amónico, junto con un agente emulsionador. En este caso, el polímero se separa corrientemente del latex, por secado mediante pulverización, o rociado. Aunque los productos de polimerización granular son generalmente partículas sólidas de forma más o menos irregular, los obtenidos por el secado del latex por pulverización o rociado, son en general esferas huecas (cenosferas) o partes cortadas de las mismas, y contienen todos los ingredientes de polimerización tal como residuos de catalizador, agente emulsionador, etc. En muchos casos se ha conseguido éxito en la obtención de producto compacto verde con este polímero tipo emulsión por sí mismo, y esto se atribuye a la presencia de las substancias residuales, y especialmente al agente emulsionador, que frecuentemente es un material altamente lubricante. Cuando se ha conseguido obtener productos compactos verdes con este tipo de polímero, por ejemplo con el vendido con el nombre de "Corvic" LH, el producto compacto ha resultado mucho más delgado y débil que con otros tipos.
- Los efectos de un punto elevado de reblandecimiento y de los residuos del proceso de polimerización, a la vez, pueden vencerse en cierto grado, especialmente en el caso de polímeros de cloruro de polivinilo por sí mismos, mediante la adición de copolímeros. Estos tienen un punto de reblandecimiento muy inferior al del polímero directo, y así, por la elección de la proporción adecuada de copolímero -corrientemente cloruro/acetato de polivinilo- puede conseguirse un equilibrio que permita la consolidación de un polímero que en otro caso sería difícil o
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.

240904



imposible. Análogamente, puede añadirse un polímero de punto de reblandecimiento muy elevado, a otro con un punto de reblandecimiento que, por sí mismo, sería demasiado bajo para la consolidación, con objeto de obtener una

5. mezcla que pueda tratarse de modo satisfactorio.

Se comprenderá fácilmente, que los plastificadores tan necesarios para casi todos los métodos convencionales de fabricación de cloruro de polivinilo, no pueden utilizarse en general en este procedimiento, <sup>ya</sup> que estos

10. plastificadores, si estuvieran presentes, en cualquier grado, lubricarían el polvo destruyendo así toda posibilidad de consolidar la mezcla.

Las adiciones funcionales a los polímeros de cloruro de polivinilo, han de escogerse con miras a las

15. exigencias de la consolidación. Los estabilizadores sin propiedades lubricantes, son los que deben escogerse; por ejemplo, puede utilizarse el carbonato de plomo o albayalde en dispersión seca, siendo imposible de usar el estearato cálcico. Pueden emplearse cantidades limita-

20. das de pigmentos y cargas, tal como se utilizan en las composiciones convencionales, por ejemplo pueden emplearse la bentonita y el polvo de madera, pero la consolidación se perjudica si se hallan presentes en gran cantidad.

Una nueva característica secundaria de este inven-

25. to se ha comprobado que consiste en el hecho de que determinadas adiciones con propiedades especiales, pueden acoplarse en la composición de polímeros para la consolidación. El producto compacto verde puede hacerse que proporcione finalmente una plancha porosa y resistente de

30. material polímero que resista a los ácidos, a los álcalis

24 0904



5. y a otras muchas substancias, y que por tanto se preste especialmente a la función de un diafragma para el tratamiento de fluidos, por ejemplo en la filtración o purificación. Además, se ha comprobado que estos diafragmas son ideales para usarse como separadores en las baterías de acumuladores eléctricos, y esta aplicación se discutirá en párrafos posteriores de esta memoria.

10. Se ha comprobado también que en la mezcla de polvo para la ulterior consolidación pueden acoplarse materiales tales como los de cambio de iones, aniónicos y catiónicos. Como ejemplos de estos materiales figuran el silicato de sodio y aluminio tal como el que se vende con el nombre comercial de "Doucil", el carbón sulfonado, tal como el vendido con el nombre comercial de "Suncol"

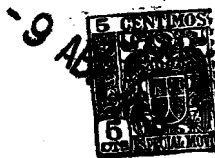
15. y las resinas de cambio de iones vendidas con el nombre comercial de "Amberlite" CG120 y CG400. Pueden también mezclarse como variante, otros materiales compatibles con el tratamiento de fluido. Algunos de estos materiales contienen una proporción de agua demasiado elevada,

20. tal como se venden, para permitir la consolidación, y en estos casos, el material precisa secarse antes de mezclarse con el polvo de polímero a consolidar. Se ha comprobado que un contenido de agua superior al 10% aproximadamente, es excesivo para los propósitos de este invento.

25. Se ha indicado ya que es necesario eliminar la carga de electricidad estática que se acumula durante el paso del polímero por entre los rodillos, ya que solamente si se hace así la plancha no tiende a fracturarse al abandonar los rodillos, y el producto compacto verde no

30. puede formarse continuamente. Esta electricidad estática

24 0904



puede eliminarse por cualquiera de los métodos convencionales. Se ha comprobado que la inclusión de resinas aniónicas o catiónicas de cambio de iones en la composición del polímero, tiene el efecto de eliminar la electricidad estática interiormente, permitiendo así la formación del producto compacto verde, sin acudir a medios externos.

5. La inclusión de estas resinas, aparte de esta función de eliminar las cargas estáticas, tiene la ventaja de que el producto compacto, si se deja poroso en su forma final, y se ha utilizado resina suficiente, puede emplearse para el tratamiento del agua.

10.

Se ha observado que utilizando resinas catiónicas o aniónicas de cambio de iones, en cantidad tan reducida como el 5% del peso total del polímero, se elimina la electricidad estática lo bastante para obtener productos compactos verdes sin necesidad de emplear otros medios de eliminar la electricidad estática, y si ha de añadirse la resina suficiente para hacer el producto compacto resultante útil para el tratamiento del agua, puede introducirse hasta el 50% en peso. Estas resinas no se consolidan por sí mismas, y una mayor proporción de estos cuerpos dificulta o hace imposible la consolidación.

15.

20.

Los rodillos que consolidan los polímeros han de poder resistir presiones considerables sin deformarse; esto significa que han de ser de diámetro suficiente para tener la resistencia necesaria por su longitud, o que, cuando conviene un diámetro pequeño, deben disponerse rodillo de apoyo para asegurar la rigidez necesaria de los rodillos de trabajo. Se ha observado la conveniencia de una disposición, al usar rodillos de pequeño diámetro,

25.

30.

24 0904



5. constituída por un par de rodillos de trabajo conducidos, sostenidos por una serie de rodillos de fricción, conducidos también, resistentes y tales como los corrientes en la industria de trabajo de metales. Son posibles varias disposiciones, pero estos sistemas son bien conocidos en la industria de laminado de metales y se denominan generalmente "trenes de rodillos". Para realizar una labor valiosa en los polímeros, se ha comprobado la conveniencia no solo de que la separación entre los rodillos (el "paso") sea ajustable a distintas anchuras, sino también el poder 10. alterar el ángulo que el plano que pasa por los ejes de los rodillos de trabajo forma con la horizontal. Además, cada uno de los rodillos de trabajo y de los de sostén, está provisto de una almohadilla o taco de limpieza en 15. contacto con la cara del rodillo, para retirar el exceso de polvo.

La naturaleza del producto compacto verde que se obtiene no es solamente una función de las características del polvo como antes se ha indicado, sino que, 20. entre amplios límites, el producto compacto verde puede alterarse incluso para una serie de características dadas, alterando las condiciones del paso del polímero por la separación de los rodillos.

Los dos factores alterados por la separación de los rodillos son primera y principalmente, la densidad 25. y luego el espesor del compuesto verde.

Cuanto mayor sea la velocidad periférica de los rodillos, tanto más abierto o poroso será el producto compacto, y cuanto menor sea la velocidad, tanto más denso 30. será el producto. Esto se debe a que cuanto mayor es la

240904



5. velocidad, tanto mayor será el deslizamiento entre la superficie de los rodillos y el polvo, de modo que aunque la acción total puede ser mayor para una velocidad elevada, la cantidad de polímero, en proporción es menor, y lo contrario ocurre para velocidades inferiores. Esto supone, desde luego, que la separación entre rodillos permanece la misma, pero el ajuste de dicha separación da productos compacto más delgado (y más denso) para una separación menor, y más grueso (y menos denso) para una separación mayor. No es conveniente medir la presión real producida en el polvo en su paso a través de la separación, y se menciona solamente como "ajuste de presión"; cuanto más elevados los números obtenidos, tanto mayor la separación y, por consiguiente, tanto menor la presión.

10. El efecto de la velocidad periférica y del ajuste de presión, se indica en la tabla siguiente obtenida utilizando tres partes en peso de "Vinylite" VYHH (copolímero de cloruro de vinilo/acetato de vinilo) y 1 parte de "Corvic" R51/83 copolímero de cloruro de vinilo/acetato de vinilo) utilizando rodillos de trabajo de 101,6 mm. de diámetro formando un ángulo de 30° con la horizontal.

15. Tabla 1.

<u>Velocidad periférica</u> <u>pies/minuto</u>	<u>Ajuste de presión</u>	<u>Galga</u> <u>Fulgada</u>	<u>Densidad</u> <u>gramos/cm<sup>3</sup></u>
7½	55	0.0212	1.070
7½	65	0.0272	0.865
15	65	0.0252	0.830
7½	70	0.0310	0.820

24 0904



Debe observarse también que el terminado superficial de los rodillos es importante; un terminado fino arrastrará menos polímero y dará por resultado un producto compacto menos denso que un terminado en baño de arena o áspero.

5.

Además, si el plano del eje de los rodillos de trabajo está inclinado con respecto a la horizontal, se comprueba que, en igualdad de las demás condiciones, cuanto mayor es el ángulo con la horizontal tanto menos densa la plancha que se obtiene; el límite se alcanza en el punto en que el ángulo con la horizontal es demasiado grande para permitir que el polvo se introduzca de modo consistente.

10.

Empleando la misma composición de polímero y rodillos de igual diámetro que para la Tabla 1, se obtuvieron los resultados siguientes con una velocidad periférica de 2,286 metros por minuto, y un ajuste de depresión de 59.

15.

Tabla 2.

20.

<u>Angulo con la horizontal</u>	<u>Galga</u>	<u>Densidad</u>
30	0.0259	0.992
45	0.0260	0.930
55	0.0247	0.920

25.

El diámetro de los rodillos determinará, para cualquier velocidad periférica dada, la cantidad de polvo arrastrada al interior de la separación; cuanto mayor sea el diámetro tanto mas grueso y más denso será el producto compacto. El límite inferior se establece por lo

30.

que constituye una acción práctica, y la dificultad mecánica

24 0904



de limpiar los rodillos. Parece no existir límite superior para el diámetro de los rodillos, ya que se ha comprobado que tanto si los rodillos son grandes como si son pequeños, la naturaleza del producto compacto está determinada por la velocidad periférica de dichos rodillos, para cualquier polvo dado. Al aumentar la velocidad periférica de los rodillos, la densidad de los productos compactos desciende y se obtienen productos compactos más débiles cada vez. En cierto grado, esta debilitación puede compensarse aumentando la presión en la separación de los rodillos pero esto, desde luego, produce una plancha más delgada. Teniendo en cuenta todas estas variables, se ha comprobado que una velocidad periférica práctica de los rodillos no ha de exceder de 12,192 m. por minuto. Utilizando también la composición de polímeros usada para la tabla 1, una velocidad periférica de 4,572 m. por minuto y un ángulo de 30° con la horizontal, se obtuvieron los resultados siguientes:

Tabla 3.

	<u>Diámetro</u>	<u>Galga</u>	<u>Densidad</u>
20.	3"	.0187"	.900
	4"	.0246"	.906

Es evidente, de los resultados anteriores, que para la misma densidad aproximada de producto compacto, los rodillos mayores han arrastrado un volumen de polvo superior al introducido por los rodillos menores, proporcionando así un producto compacto verde más espeso o grueso.

Una de las ventajas más notables de este invento es el grado de seguridad y uniformidad de la galga o espesor que puede obtenerse. Naturalmente, como con cualquier mecanismo, la exactitud de construcción es el mayor factor deter-



24 0904

minante, pero dentro de estos límites, es posible trabajar por lo menos con una uniformidad y consistencia tan grande de la galga o espesor, como en el caso de emplearse una calandra.

5. La tabla siguiente muestra los resultados obtenidos en una operación en la que se usó "Vinylite" VYHH sola con rodillos de trabajo de 101,6 mm. de diámetro y 381 mm. de largo, una velocidad periférica de 2,286 m. por minuto y un ángulo de 30° con la horizontal.

10.	<u>Distancia a lo largo del borde</u>	<u>Espesor a través de 355,6 mm. en milésimas de pulgada</u>		
		<u>Borde</u>	<u>Centro</u>	<u>Borde</u>
	0			
	6	21.5	21.1	20.2
	12	20.7	21.2	20.2
	18	20.1	20.6	20.6
15.	24	20.5	20.6	20.8
	30	20.8	20.9	21.6
	36	20.7	20.6	21.2
		19.8	21.2	20.5

20. Así, se observará que una combinación de factores y características, ha de tomarse en cuenta, tanto en la elección de polímeros a consolidar como en las condiciones de tratamiento, para producir un espesor y una densidad dados de producto compacto.

25. El producto compacto verde, ha de tratarse ulteriormente con objeto de hacerlo utilizable. La densidad, y en cierto grado el espesor, tendrán una gran influencia sobre el producto de la segunda etapa, especialmente si este producto ha de permanecer poroso. Dado que el producto compacto verde es frágil, debe transportarse cuidadosamente

24 0904



a través del proceso de caldeo. Un transportador es el mejor procedimiento y para este objeto, puede utilizarse cualquier medio. El calor se aplicará por cualquier método adecuado, pero los mejores resultados se obtienen con un caldeo uniforme.

5.

Quando el producto compacto verde se calienta, primero se hincha debido al hecho de que el polímero se ablanda y el aire contenido en sus poros se dilata; el ulterior caldeo, dá lugar a una reducción del espesor y a un aumento en la densidad, y, eventualmente, si se continúa el caldeo durante un período suficiente, el producto compacto se hace completamente no-poroso.

10.

Se ha comprobado, por la experiencia, que si se precisa un material de un espesor dado, es mejor continuar el caldeo hasta más allá del punto de máxima expansión o dilatación, e interrumpirlo en el espesor deseado, mientras el producto compacto se aplasta, dado que la resistencia mecánica del producto compacto mientras se encuentra todavía en la fase de expansión, no es tan grande como en la fase de contracción aun en el caso de que el espesor, en ambas circunstancias, sea el mismo.

15.

20.

El período de tiempo y la temperatura a que el producto compacto verde se calienta, son interdependientes. Si la temperatura es elevada, el período de permanencia en la zona de caldeo puede ser corto, y al contrario. El período mínimo de tiempo para cualquier temperatura dada, dependerá del espesor del producto compacto verde entrante, y, desde luego de la densidad final necesaria. Debe observarse que cuanto mayor sea la temperatura a que el producto compacto se calienta, tanto más taxativa es la permanencia

25.

30.



24 0904

ya que el producto compacto se aplasta o deforma con una rapidez mucho mayor que la de expansión o dilatación.

5. En cuanto el producto compacto ha rebasado su punto de expansión máxima, puede interrumpirse el caldeo en cualquier punto deseado, y esto dependerá de la densidad -y por tanto porosidad- que se precise.

10. Para los separadores de baterías de acumuladores eléctricos, debe realizarse una elección cuidadosa de la densidad del producto compacto verde y de las condiciones ulteriores de caldeo, con objeto de obtener una membrana aglutinada o sinterizada de resistencia eléctrica satisfactoria. Empleando un producto compacto verde de densidad relativamente baja, se ha comprobado que puede obtenerse una membrana satisfactoria calentando el producto más allá
15. de la etapa de hinchazón máxima, y deteniendo la calentación en una etapa en la que la plancha está todavía hinchada o distendida. Por este medio, pueden obtenerse resistencias eléctricas satisfactorias, después de mojarse la plancha, por ejemplo por el uso de agentes de mojadura.
20. Estas membranas tienen una resistencia mecánica adecuada y pueden moldearse o embutirse para dar cualquier contorno deseado, sin pérdida de resistencia. Esto se aclara en la tabla siguiente para un producto compacto verde de galga 0,63 mm., densidad 0,91 g/cm<sup>2</sup>, preparado con una mezcla
25. de 3 partes en peso de "Vinylite" VYHH y 1 partes en peso de "Corvic" R51/83 calentada durante diferentes períodos en una estufa en un ambiente de aire a la temperatura de 145°C.

24 0904



<u>Permanencia (minutos)</u>	<u>Galga del producto compacto sinterizado o aglomerado (pulgadas)</u>	<u>Resistencia al ácido de la batería (Ohmios/pulgada<sup>2</sup>)</u>
3*	0.0285	0.045
4	0.0278	0.055
5	0.0265	0.115

5. Si el caldeo se lleva a cabo hasta el punto en que el polímero se funde por completo, se encontrará generalmente que se forma una plancha continua más o menos delgada en la que quedan ocluidas una serie de bolsas de aire aisladas, y esto perjudica tanto el aspecto como la resistencia de la plancha. Si se desea producir una plancha libre de burbujas y de buen aspecto, la plancha fundida se prensa a continuación en estado caliente y este procedimiento puede aplicarse haciendo pasar dicha plancha directamente desde el horno o estufa, mientras está todavía caliente, a través de un par de rodillos que la aplasten más aún y eliminen las bolsas de aire. Para este objeto puede utilizarse una prensa plana y a la plancha se le puede comunicar un dibujo embutido, disponiendo un rodillo o una platina de la prensa adecuadamente tratados.

10. En algunos casos en que el polímero es adecuado, por ejemplo si el polímero es cloruro de polivinilo o un copolímero de vinilo, la plancha fundida puede tratarse ulteriormente por tensión aplicada a continuación; esta operación disminuirá el espesor más todavía y aumentará la resistencia a la tensión, hecho ya conocido para los peritos en la materia y en la tecnología de las películas de material plástico. Se ha observado, por ejemplo, que utilizando "Vinylite" VYHH, puede obtenerse un producto compacto verde de 0,35 mm. de espesor; éste se reduce a 0,25 mm.

15.

20.

25.

248904




al fundirse, se reduce ulteriormente a 0,12 mm. al comprimirse y puede finalmente reducirse a 0,06 mm. por tensión.

5. El producto final deseado determinará la composición de polímero, el espesor y la densidad del producto compacto verde, así como las condiciones de caldeo usadas para la conversión del producto compacto verde. Si el producto final deseado es una plancha aglomerada o sintetizada muy porosa y relativamente gruesa, interesará un producto compacto verde muy poroso que se calentará de modo adecuado pero <sup>por</sup> si/el contrario se desea una plancha no porosa completamente fundida, se preparará un producto compacto verde denso y relativamente delgado, y las condiciones de caldeo se ajustarán para conseguir que se realice una fusión completa; con preferencia se someterá luego a presión y quizá también a una operación de tensado.
- 10.
- 15.

20. Se conoce la patente británica nº 583.418 en la que se reivindica un método para prensar partículas de politetrafluoroetileno entre rodillos y el caldear luego entre 327° y 500°C. Este material tiene propiedades que lo colocan aparte de otros llamados plásticos, y este invento no se trata de que lo comprende. Por tanto se elimina el politetrafluoroetileno del alcance de este invento.

N O T A

25. 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. También
30. se hace constar que el invento corresponde a una patente

240904  
243904<sup>9</sup>AB  


presentada en Inglaterra con fecha 22 de marzo de 1957, nº 9.434 acogiéndose, 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: "Procedimiento de fabricación de planchas de material polímero"; caracterizándose por lo siguiente:

5.

1º.- Procedimiento de fabricación de planchas de material polímero, caracterizado por comprender dos etapas: en la primera el polímero en forma pulverulenta se consolida entre rodillos a una temperatura suficientemente baja para formar una plancha porosa y continua, mientras que al mismo tiempo se adoptan medidas para eliminar la electricidad estática desarrollada por el paso del polímero por entre los rodillos, y en la segunda fase, la plancha porosa y continua se calienta para darle resistencia.

10.

15.

2º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque la plancha porosa y continua de la primera etapa se produce a una temperatura comprendida entre 5ºC y 50ºC.

20.

3º.- Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque el material polímero es un polímero de vinilo o un copolímero de vinilo, o una mezcla de ambos.

25.

4º.- Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque el material polímero es cloruro de polivinilo o una mezcla de cloruro de polivinilo y el copolímero de cloruro de vinilo/acetato de vinilo.

30.

5º.- Procedimiento, según lo especificado en

24 0904



las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque la plancha porosa y continua de la primera etapa tiene una densidad comprendida entre 0,82 y 1,18 g/cm<sup>3</sup>.

5. 6ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el material polímero es una resina de melamina, urea o fenolformaldehído.

7ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el material polímero es un polímero acrílico molido.

10. 8ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado porque el polímero mezcla de polímeros tiene un tamaño de partículas tal que su superficie no es inferior a 600 cm<sup>2</sup>/gramo.

15. 9ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 8ª, caracterizado porque la etapa de caldeo es tal que se aglutinan las partículas de polímero sin dejar de conservar la naturaleza porosa de la plancha.

20. 10ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, caracterizado porque el polvo de polímero se le añade otra sustancia también pulverizada y que se utilice en la filtración, limpieza, purificación u otro tratamiento de los fluidos.

25. 11ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 10ª, caracterizado porque al polímero pulverizado se le añade de 2,5% a 50% de una resina de cambio de iones, también pulverizada, de tipo catiónico o aniónico o de ambos.

30. 12ª.- Procedimiento, según lo especificado en

24 0904



- cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 8ª, caracterizado por prepararse, por la etapa de caldeo, una plancha no-porosa continua y completamente fundida, que se trata ulteriormente por laminado, prensado, embutido o tensado.
5. 13ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 8ª, 10ª a 11ª, caracterizado porque el diámetro de los rodillos de consolidación está comprendido entre 25,4 mm. y 203,2 mm.
10. 14ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 12ª, caracterizado porque la velocidad periférica de los rodillos está comprendida entre 914 mm. y 12,192 m. por minuto.
15. 15ª.- Procedimiento, de fabricación de planchas de material polímero, caracterizado por permitir la obtención de una plancha porosa de material polímero susceptible de utilizarse como separador en baterías eléctricas, fabricada de acuerdo con lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 11ª, 13ª y 14ª, y que se moldea adecuadamente; el calentamiento en este caso, se termina antes de que las partículas de polímero se fundan entre sí lo suficiente para destruir la porosidad de la plancha.
20. 16ª.- Procedimiento de fabricación de planchas de material polímero, caracterizado por permitir la obtención de una plancha porosa de material polímero susceptible de usarse en el tratamiento de fluidos y fabricada de acuerdo con lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 10ª, 13ª y 14ª; el calentamiento en este caso, se termina antes de que las partículas de polímero se fundan entre sí lo suficiente
25. 30.

2409



para destruir la porosidad de la plancha.

5. 17ª.- Procedimiento de fabricación de planchas de material polímero, caracterizado por permitir la obtención de una plancha de material polímero según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, y 12ª a 14ª; el calentamiento en este caso se continúa hasta que el producto compacto producido en la primera etapa se ha hecho completamente no-poroso.

10. 18ª.- Procedimiento de fabricación de planchas de material polímero; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria que consta de veintinueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

- 9 APR. 1952

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODESTO  
P.P.