

314092



PATENTE DE INVENCION

P.P. 1.

Memoria Descriptiva
sobre

Un procedimiento para la fabricación de
una lámina microporosa.

Solicitante: POROUS PLASTICS LIMITED, entidad inglesa, residente
en Dagenham Dock, Essex, Inglaterra.

=====

Este invento se refiere a la fabricación
de material laminar microporoso y en particular a un
procedimiento para la fabricación de una lámina micro
porosa de lo que se denominará material de trabajo.

5. El invento se aplica a la fabricación de

314092

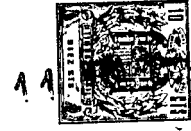


láminas microporosas destinadas a diversos usos pero sobre todo a las que se usan como separadores en las baterías eléctricas. A tal fin, no es solamente importante que la lámina contenga poros ó cavidades si no que sea también permeable en el sentido de que los poros estén unidos entre sí para formar finos pasajes que se extiendan de una a otra cara de la lámina. Estos pasajes habrán de ser finos para evitar la formación de un puente de conducción a través del separador y que tienda a formar un corto circuito en la batería, mientras que en compensación a su delgadez los pasajes han de ser en justa correspondencia numerosos para asegurar una resistencia suficientemente baja al paso de la corriente a través del electrolito en el que se sumerge el separador.

- 5.
- 10.

15. Con anterioridad a éste, se han descrito ó utilizado diversos procedimientos que comprenden la adición al material de trabajo de una materia lixiviable formadora de poros, graduada dentro de unos límites estrechos de tamaño de sus partículas, haciendo una mezcla completa con un solvente para formar una masa, dando forma de tira a la masa, sumergiendo la tira en un baño acuoso para lixiviar el material que forma los poros y secando la tira.
- 20.

- En dicho procedimiento, antes de sumergir la tira en un baño acuoso para la lixiviación del material que forma los poros, es necesario generalmente adoptar algunas medidas para deshacer la encapsulación de las partículas de formación de poros, de modo que por un lado el baño de lixiviación tenga acceso a dichas partículas para extraerlas y, por el otro lado, cuando se ha conseguido, no se produzcan solamente poros ó cavidades cerrados, si no pasajes finos
- 25.
 - 30.



314092

- que se extiendan de una cara a otra de la lámina. Se pueden mencionar dos procedimientos principales para deshacer la citada encapsulación de poros. En un procedimiento como el que se describe en la Memoria de la Patente Británica nº
5. 565.022, se emplea almidón como material para la formación de poros y se provoca el esponjamiento de las partículas de almidón sumergiendo la tira en agua hirviendo, con lo que se produce la rotura de la encapsulación antes de extraer el almidón. En otro procedimiento, como el descrito en la
10. Memoria de la Patente Británica nº 727.679, se deshace la capsulación por medios mecánicos, por ejemplo, haciendo pasar la lámina por cilindros calandrades. Este procedimiento tiene una difícil aplicación cuando se trata de material laminar con nervaduras.
15. El presente invento confía la rotura de la encapsulación al calentamiento de la tira de material durante un cierto tiempo dentro de unos límites apropiados de temperaturas, para que prácticamente toda la tira alcance una temperatura, que se denominará temperatura de conmoción térmica,
20. sensiblemente mayor que la necesaria para que salga substancialmente todo el solvente.
- De ésta forma y en conformidad con el invento el procedimiento para la fabricación de láminas microporosas de lo que se denominará un material de trabajo, comprende la
25. adición a un material plástico natural ó sintético, un material lixiviable de formación de poros, graduado en unos límites estrechos de tamaños de partículas, y un solvente para el material de trabajo incompatible con el material de formación de poros pero que pueda formar un gel con el
30. material de trabajo, siendo suficiente la cantidad de solvente

314092



- para asegurar que la mezcla completa de todos los componentes formará una masa coherente; la formación de esa masa por medio de la mezcla completa de todos los ingredientes; la formación de la masa en tiras; el calentamiento de las tiras a unas temperaturas y durante un espacio de tiempo tal que prácticamente todo el solvente desaparezca y además la tira alcance una temperatura, temperatura de con-moción térmica, sensiblemente mayor que la necesaria para purgar substancialmente todo el solvente; la inmersión de las
5. tiras en un baño acuoso para la lixiviación del material que forma los poros y, por último, el secado de las tiras. La cantidad de solvente ha de ser suficiente para formar un gel con el material de trabajo que tenga un volúmen sensiblemente mayor que el volúmen original del material de trabajo.
10. trabajo.
- 15.

La temperatura de con-moción térmica puede variar entre una temperatura mínima que produzca una rotura aceptable de la encapsulación y una temperatura máxima inferior a la que pudiera causar la descomposición substancial del material de trabajo.

20.

Las propiedades del producto acabado, por ejemplo su tamaño de poros, permeabilidad, resistencia eléctrica y mecánica pueden variar considerablemente dependiendo de la elección de la temperatura específica que se haga dentro de los límites marcados. En cualquier caso, la temperatura de con-moción térmica habrá de ser considerablemente mayor que la necesaria para eliminar el solvente por evaporación. También habra de ser mayor a la temperatura de reblandecimiento del material de trabajo y en algunos casos superior a la de fusión si se tiene que obtener un aumento suficien

25.

30.

314092



te en permeabilidad para que el producto pueda servir en particular como separador en una batería.

5. La temperatura de conmovión térmica específica que se use al objeto de hacer desaparecer la encapsulación del material de formación de poros dependerá del tipo de material de trabajo y de las propiedades particulares que se deseen imprimir al producto acabado.

10. Cuando se utiliza cloruro de polivinilo como material de trabajo en la fabricación de un separador de batería, la temperatura de conmovión térmica no deberá ser inferior a 150°C. Cuando se utiliza un polietileno de menor densidad, la temperatura de conmovión térmica podrá ser de 130°C; para polietileno de gran densidad de 150°C y para polipropileno de 170°C.

15. Empleando temperaturas de conmovión térmica superior a estos valores mínimos, tendrá lugar una muy útil reducción de resistencia eléctrica del separador de la batería, al tiempo que aumentará el tamaño de los poros y su permeabilidad.

20. Otras resinas que pueden ser útiles en otras aplicaciones comprenden cloruros de polivinilo plastificados y poliuretanos. Para el cloruro de polivinilo plastificado con plastificante hasta un 60 % del peso de la resina, la temperatura de conmovión térmica no puede ser inferior a 130°C y para el material de poliuretano que se vende bajo el nombre DALTAFLEX 2S, la temperatura no ha de ser inferior a 185°C.

30. Si se deseara, la aplicación de calor puede realizarse al menos en dos etapas; una primera etapa a una temperatura comparativamente baja a la que se elimina el sol-



5. vente y una etapa superior alrededor de la de conmución térmica para hacer desaparecer la encapsulación. De otro modo, puede ser conveniente llevar a cabo el calentamiento a una temperatura aproximadamente igual a la de conmución térmica durante un período de tiempo suficiente para eliminar el soluvente y que se produzca la desaparición de la encapsulación.

10. El tiempo de calentamiento puede ser aproximadamente el mismo para todos los materiales mencionados anteriormente. En el caso de los ejemplos que se pondrán más adelante en los que se emplea una sola temperatura, se ha hallado que la exposición al calor del material, por espacio de cinco a diez minutos, será generalmente suficiente tanto para eliminar el solvente como para hacer desaparecer de una manera satisfactoria la encapsulación.

15. Si el calentamiento se lleva a cabo en dos etapas, la segunda etapa, de alta temperatura, puede ser considerablemente más corta, por ejemplo del orden de dos minutos, después de que se haya eliminado el solvente de una manera substancial.

20. Se verá que éstos tiempos dependen de la velocidad a la que la tira tome la temperatura del horno, lo cual variará de acuerdo con determinados factores como es la capaacidad de absorción de calor de la tira.

25. El invento simplifica considerablemente el método para la fabricación de materiales microporosos y hace posible la aplicación de un procedimiento para la fabricación continua de productos microporosos como los separadores de baterías.

30. De preferencia, la mezcla total de los componentes se lleva a cabo por medio de una mezcladora de hélices



314092

- gemelas, que comprende un par de ejes de hélice dispuestos para girar en la misma dirección, cuyos ejes portan varios casquillos de hélice ideales, estando colocado cada casquillo enfrente a otro idéntico del eje compañero y estando formado por un triple paso helicoidal de puesta en marcha y un perfil que se ajusta perfectamente al del casquillo compañero, siendo tal el perfil de las dos hélices que produce el efecto de autolimpieza, mientras que impulsa el material hacia delante a través de la máquina, y cuyos ejes portan también a intervalos a lo largo de los grupos de hélices, discos amasadores de lado convexo y perfil generalmente triangular para ajustarse entre sí, discos sucesivos amasadores separados entre sí de una forma angular para formar de hecho una hélice de triple paso escalonado asemejante una escalera de caracol.
- 5.
- 10.
- 15.

El solvente se puede añadir al polvo en un punto intermedio en la mezcladora y amasarse y mezclarse entre sí de una manera completa formando una masa.

- En un punto cercano al final de la mezcladora la masa se expone al vacío para extraer de ella todo el aire, siendo suficiente la acción amasadora de la máquina para exponer la masa al vacío y permitir que escape el aire.
- 20.

- La mezcladora puede enviar la masa directamente a una matriz de expulsión pero es preferible retener un depósito de masa preparada, de modo que si ocurriera cualquier interrupción en la operación, antes de llegar a éste punto, el resto de la operación podría continuar sin alteración. A éste fin, en una modalidad del invento la mezcladora impulsa la masa a través de un número determinado de pequeñas aberturas dotadas de una cuchilla giratoria para cortarla en pequeñas
- 25.
- 30.



5. ños cilindros, de manera semejante a una máquina de picar carne. Estos pequeños cilindros ó granulados de masa se transportan por medio de un dispositivo que comprende un transportador vibratorio cerrado, que los enfría, a una tolva de almacenaje que guarda el depósito de granulados al que se ha hecho referencia anteriormente. Los granulados se envían por medio de un transportador adicional, a la tolva del expulsor. El expulsor comprende un transportador de tornillo sin fin simple que transporta la masa a una matriz con perfil necesario para producir una tira plana, con nervaduras vastas en un lado y nervaduras finas en el otro. Del expulsor, la tira se envía por medio de un transportador de corte recorrido al horno donde se quita el solvente.

10. En otra forma de realización del invento, se añade solamente una parte del solvente a la mezcla con lo que se forma una pasta relativamente fuerte, después de lo cual se añade el resto del solvente que se mezcla con la masa antes de darle forma de tiras.

15. De preferencia, la masa se desairea antes de darle forma de tiras, cortándola en pequeñas partículas que se dejan caer a través de una cámara de vacío: Entonces se puede forzar la masa desaireada a pasar a través de una matriz de expulsión con una ranura alargada para darle forma de tira, que, de preferencia, se hace pasar inmediatamente entre rodillos que formarán las nervaduras al menos en una de sus caras.

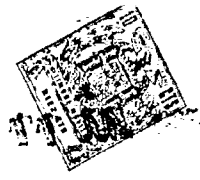
20. El calentamiento puede efectuarse alimentando la tira en el horno por medio de un transportador de sustentación. Después de sometida a la acción del calor la tira puede ser dura y quebradiza y, por tanto, es preferible hacerla
- 25.
- 30.

314092



salir del horno en una dirección en la que se deslice directamente al baño de lixiviación.

5. En una modalidad del invento el horno se calienta haciendo circular aire caliente a través del mismo, disponiendo un aparato para retirar y reponer una parte de aire y para enfriarla para recuperar el solvente. Esto se puede llevar a cabo mediante un enfriador de dos etapas: la primera de enfriamiento por agua y la segunda de enfriamiento por refrigeración.
10. El horno puede estar dividido en dos ó más zonas, cada una de ellas con un circuito de aire por separado, con regulación por separado de la parte de aire retirado de la circulación de cada circuito.
15. El invento se puede desarrollar de varios modos, pero a continuación se describirá una modalidad específica por medio de un ejemplo referenciado por los planos adjuntos en los que:
20. La Figura 1 es un esquema del proceso de fabricación que ilustra la aplicación del invento en un procedimiento para la producción de separadores microporosos para baterías;
- La Figura 2 es un esquema algo más detallado y a mayor escala de la planta de mezclado del polvo y de moldeado por expulsión.
25. La Figura 3 es un esquema similar de la planta destinada a la extracción del solvente.
- La Figura 4 es un corte esquemático en perfil que representa la tira penetrando en la primera bandeja de lixiviación.
30. La Figura 5 es una vista similar que representa la



tira pasando de una bandeja de lixiviación a otra.

La Figura 6 es una vista similar que representa la tira pasando de la última bandeja de lixiviación a la planta de secado, y

5. La Figura 7 es una vista de perfil en sección, de una bandeja de lixiviación que ilustra unos detalles del transportador de escobillas.

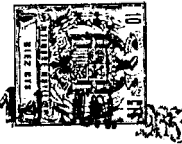
10. A continuación se expone un ejemplo de los materiales que se pueden emplear en la fabricación de separadores microporosos para baterías, en el que todas las partes se dan por peso.

MATERIALES

	Material de trabajo (Cloruro de polivinilo (P.V.C.))	100 partes
	Material de formación de poros (Sulfato de amonio)	600 partes
15.	Colorante (negro de humo)	2 partes
	Relleno (serrín)	5 partes
	Agente humedecedor (Catafor 02)	2 partes
	Solvente (isoforano)	125 partes
	Solvente (trementina mineral)	85 partes

20. Esquema del proceso de fabricación, Figura 1

- Primeramente se describirá el procedimiento completo de una forma breve y tomando por referencia el esquema del proceso de fabricación ilustrado en la Figura 1. El material formador de poros, sulfato de amonio, se gradúa y
25. gradúa en una planta de sal 10, de la que se envía a una planta de mezcla del polvo 30, donde se mezcla con el material de trabajo y otras materias en polvo. Entonces se envía la mezcla a una planta de composición 60 en la que, después de una mezcla adicional, se añade un solvente procedente de una
30. planta de recuperación y almacenaje de solvente 100, para

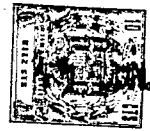


- formar la masa. Después de mezclada, se desairea la masa y se impulsa a través de una matriz que produce una tira a plastada con nervaduras, que pasa inmediatamente a una planta de extracción de solvente 80. Desde el horno de extrac-
5. ción de solvente, la tira pasa a una planta de lixiviación 120 en la que se la hace recorrer un número determinado de depósitos de lixiviación, para extraer el ingrediente for-
10. mador de poros y que se formen dichos poros. Desde la planta de lixiviación, la tira se envía de una manera continua en un horno de secado 160 para la extracción del líquido exudable y desde éste horno pasa a una cortadora 170 que igua-
15. la los bordes y corta la tira en trozos pequeños apropiados para separadores individuales. El solvente pasa del horno de extracción a la planta de recuperación y almacenaje 100, mientras que se devuelve el líquido exudable de la unidad
- de lixiviación 120 a una unidad de recuperación de sales 130. Desde la cortadora 170, los recortes de material se envían, a través de una planta de recuperación 180, a la planta de mezcla 30.
20. El equipo comprende varias tolvas de almacenaje provistas de detectores de nivel que sirven para poner en marcha de una manera automática el equipo de elaboración pa
25. ra que suministre material en una tolva cuando el nivel de la misma desciende por debajo de un nivel mínimo predetermi
- nado, ó para desconectar dicho equipo cuando sube el nivel por encima de un nivel máximo predeterminado.

LA PLANTA DE SAL 10

- Al principio de la operación es necesario moler y clasificar el material formador de poros, sulfato amónico,
30. y premezclar todos los polvos. Para producir un artículo

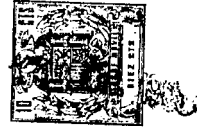
314092



1965

- satisfactorio es esencial que el material de formación de poros tenga un tamaño apropiado de partículas y, más aún, que el tamaño de las partículas no varíe demasiado dentro de ciertos límites. En particular, si el tamaño de las partículas varía dentro de una gama amplia, afectará las propiedades reológicas y podría producir la aglomeración de las partículas. Se obtienen resultados satisfactorios cuando la mayoría de las partículas se hayan comprendidas entre 10 y 15 micrones, aún cuando una pequeña minoría pudiera ser de mayor ó menor tamaño. Es preferible realizar la molturación sometiendo el material a una recirculación entre un molino 11, que produce partículas relativamente gruesas, y una clasificadora 16 que separa las partículas demasiado gruesas y las devuelve al molino. Normalmente el 50 % de la masa total es devuelta para una segunda molturación. El molino 11, puede ser del tipo de los que comprenden un par de discos coaxiales que se pueden hacer girar a velocidades diferentes ó en direcciones distintas, teniendo cada disco coronas concéntricas de espigas que sobresalen y descansan entre las coronas de espigas del disco compañero. Los cristales de sal caen de una tolva de almacenaje 12 por la fuerza de gravedad pasando a través de una válvula dosificadora 13 al molino 11 de donde pasa el polvo a través de un extractor 14 y una tolva 15 al clasificador de aire 16 que devuelve las partículas más pesadas al molino a través de una tubería 17. El extractor de polvos 14 extrae el polvo muy fino, que normalmente consiste en el 5 % por peso de la masa total en molturación. De ésta forma cada ciclo de molturación y clasificación por aire produce normalmente un rendimiento del clasificador de aire del 45 % del peso total de la masa en molturación de pol

314092



vo de sulfato de amonio con un tamaño de partículas comprendido dentro de los límites preferibles de tamaños. Estos límites comprenden partículas con diámetros entre 7 y 25 micrones.

5. Del clasificador 16, la sal asciende por aspiración a través de una tubería 18 a un extractor de polvos adicional 19 (representado por encima de la unidad de mezcla de polvo) que extrae las partículas finas adicionales. Desde éste extractor las sales clasificadas caen en una tolva de almacenaje 41 de la planta de mezcla de polvo.
- 10.

LA PLANTA DE MEZCLA DEL POLVO 30

- Los materiales en polvo se pesan y envían a una mezcladora preliminar 31 de tipo turbomezcladora de gran velocidad. De esta forma, el aprovisionamiento principal de cloruro de polivinilo se halla contenido en una tolva 32 de sal donde se envía, por medio de un transportador de husillo 33, a un pesador 34. Los fragmentos de cloruro de polivinilo enviados a la planta de recuperación de fragmentos sobrantes a través de un extractor de polvos 35 a una tolva 36, se envía también en el pesador 34 de donde pasa a la mezcladora de mezcla preliminar 31 a través de una chimenea de alimentación 37. Al mismo tiempo, la sal de la tolva de almacenaje 41 pasa a través de una válvula rotatoria 20 y un pesador 42 a la mezcladora preliminar 31. Además, se envía negro de humo y serrín de los recipientes 43 a las tolvas 44 y de éstas tolvas, a la mezcladora preliminar 31 a través de los pesadores 45.
- 15.
- 20.
- 25.

- La turbomezcladora de alta velocidad 31 es de tipo conocido y sirve para mezclar totalmente todos los polvos.
30. Entonces se transportan por gravedad los polvos mezclados, a

314092



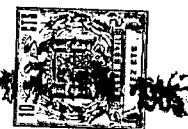
- un cernedor de trífugo 46 que elimina los aglomerados, pasando de ahí a una tolva de almacenaje. Esta tolva de almacenaje tiene la capacidad suficiente para que la mezcladora quede vacía y prepare una nueva tanda de polvo antes de que la tolva se vacíe. De esta tolva de almacenaje se envía el polvo a un alimentador por gravedad 48 que lo envía a la mezcladora de composición. El alimentador por gravedad, comprende un transportador que forma parte de un mecanismo de balanza por medio del cual se regula con exactitud la cantidad de polvo alimentada.
5. la tolva se vacíe. De esta tolva de almacenaje se envía el polvo a un alimentador por gravedad 48 que lo envía a la mezcladora de composición. El alimentador por gravedad, comprende un transportador que forma parte de un mecanismo de balanza por medio del cual se regula con exactitud la cantidad de polvo alimentada.
10. En algunos casos éste alimentador por gravedad se puede omitir y reemplazar por una tolva pequeña.

LA MEZCLADORA DEL COMPUESTO Y PLANTA DE EXPULSION 60.FIGURA 2

- Tanto si comprende o no un alimentador por gravedad 48, la planta de mezcla 30 descarga el polvo mezclado en una mezcladora del compuesto 61.
15. Tanto si comprende o no un alimentador por gravedad 48, la planta de mezcla 30 descarga el polvo mezclado en una mezcladora del compuesto 61.

- En la modalidad ilustrada del invento ésta mezcladora es del tipo de hélices gemelas como la que suministra la firma Werner y Pfleiderer. Comprende un par de ejes hélice ideales paralelos dispuestos para girar en la misma dirección, cuyos ejes portan varios casquillos de hélice. Cada casquillo está colocado enfrente de un casquillo idéntico en el eje compañero y está formado por un triple paso helicoidal de puesta en marcha y un perfil que se ajusta perfectamente al del casquillo compañero. El perfil de las hélices de toma constante es el adecuado para que produzca un efecto de autolimpieza, mientras alimenta el material hacia delante a través de la máquina. A intervalos y a lo largo de la hélice ó husillo, existen grupos de discos de amasado de lado convexo generalmente triangular para que se ajusten
20. En la modalidad ilustrada del invento ésta mezcladora es del tipo de hélices gemelas como la que suministra la firma Werner y Pfleiderer. Comprende un par de ejes hélice ideales paralelos dispuestos para girar en la misma dirección, cuyos ejes portan varios casquillos de hélice. Cada casquillo está colocado enfrente de un casquillo idéntico en el eje compañero y está formado por un triple paso helicoidal de puesta en marcha y un perfil que se ajusta perfectamente al del casquillo compañero. El perfil de las hélices de toma constante es el adecuado para que produzca un efecto de autolimpieza, mientras alimenta el material hacia delante a través de la máquina. A intervalos y a lo largo de la hélice ó husillo, existen grupos de discos de amasado de lado convexo generalmente triangular para que se ajusten
25. En la modalidad ilustrada del invento ésta mezcladora es del tipo de hélices gemelas como la que suministra la firma Werner y Pfleiderer. Comprende un par de ejes hélice ideales paralelos dispuestos para girar en la misma dirección, cuyos ejes portan varios casquillos de hélice. Cada casquillo está colocado enfrente de un casquillo idéntico en el eje compañero y está formado por un triple paso helicoidal de puesta en marcha y un perfil que se ajusta perfectamente al del casquillo compañero. El perfil de las hélices de toma constante es el adecuado para que produzca un efecto de autolimpieza, mientras alimenta el material hacia delante a través de la máquina. A intervalos y a lo largo de la hélice ó husillo, existen grupos de discos de amasado de lado convexo generalmente triangular para que se ajusten
30. En la modalidad ilustrada del invento ésta mezcladora es del tipo de hélices gemelas como la que suministra la firma Werner y Pfleiderer. Comprende un par de ejes hélice ideales paralelos dispuestos para girar en la misma dirección, cuyos ejes portan varios casquillos de hélice. Cada casquillo está colocado enfrente de un casquillo idéntico en el eje compañero y está formado por un triple paso helicoidal de puesta en marcha y un perfil que se ajusta perfectamente al del casquillo compañero. El perfil de las hélices de toma constante es el adecuado para que produzca un efecto de autolimpieza, mientras alimenta el material hacia delante a través de la máquina. A intervalos y a lo largo de la hélice ó husillo, existen grupos de discos de amasado de lado convexo generalmente triangular para que se ajusten

314092



entre sí. Los discos de amasado sucesivos están separados formando ángulo para formar de hecho una especie de husillo de triple paso semejando una escalera,

5. En un punto intermedio de la mezcladora del compuesto, el solvente (incluyendo la pequeña cantidad de agente humedecedor, Catafor 02) procedente de la planta de recuperación y almacenaje de solvente 100 se dosifica a través de una tubería 113 para que se mezcle con el polvo y se amase formando una masa totalmente ligada.
10. En un punto cercano al final de la mezcladora, la masa se expone al vacío para extraer todo el aire, siendo suficiente la acción amasadora de la máquina para hacer pasar la masa al vacío y que el aire escape de ella.
15. La mezcladora del compuesto 6 puede alimentar directamente una matriz de expulsión pero es preferible retener un aprovisionamiento de la masa preparada, para que en el caso de que ocurriera una interrupción en la operación antes de llegar a éste punto, pudiera continuar sin interrupción el resto de la operación. A éste fin la mezcladora empuje la masa a través de un número determinado de pequeñas aberturas dotadas de una cuchilla giratoria 62 que corta dicha masa en pequeños cilindros como si fuera una máquina de picar carne. Estos pequeños cilindros o granulados de masa se suben por medio de un transportador vibratorio helicoidal cerrado 63, que incidentalmente los enfría,
20. y de donde pasan a una tolva de almacenaje 67, que mantiene el aprovisionamiento citado, por medio de un transportador de cinta.
25. Los granulados se envían, por medio de un transportador adicional de cinta 68, a la tolva 69 del expulsor
- 30.

314092



70.

El expulsor comprende un transportador de husillo simple que transporta la masa a un troquel laminador 71 que tiene el perfil necesario para producir una tira plana, qui-
5. zá de 76 cm de ancha, con nervaduras bastas en una cara y fi-
nas en la otra. Desde el expulsor se envia la tira por me-
dio de un transportador corto 72 al horno de extracción de
solvente.

LA PLANTA DE EXTRACCION DEL SOLVENTE 80. FIGURA 3.

10.

En ésta forma específica de realización del inven-
to la planta de extracción de solvente comprende un horno
81 de unos 48 metros de largo. La tira descansa en un trans-
portador 82 construido con un material apropiado tal como te

15.

la metálica de acero inoxidable, que lo transporta directa-
mente a través de la longitud total del horno. Por conve-
niencia, el horno se divide en cuatro zonas a través de ca-
da una de las cuales se hace circular aire caliente para ex-
traer el solvente de la tira y llevar a cabo otras funciones
importantes. En cada uno de los cuatro circuitos de aire se

20.

puede retirar una proporción de aire caliente y reemplazarse
por otra de aire fresco.

25.

Así en cada zona de aire se suministra mediante un
ventilador 83 a través de un calentador de aceite ó petróleo
a una caja de presión 85 de donde se induce a través de ranu-
ras en la parte superior de la tira. Mientras tanto, se re-
tira aire por las aberturas 86 cerca del fondo del horno y a
través de una tubería 87 que se comunica por un lado con una
tubería 88 que conduce a la entrada del ventilador y por el
otro lado con una tubería 89 que desemboca en una canaliza-
ción de escape 90 que conduce a la planta de recuperación del

30.

314092



solvente.

5. La proporción de aire separado de cada circuito puede ser diferente y puede ser mayor en particular en el caso de la primera zona en la que se evapora una gran proporción del solvente y puede ser muy pequeña en la última zona puesto que, cuando la tira alcance ésta zona, se habrá evaporado ya la mayor parte del solvente de dicha tira. El tamaño de los conductos para separar el aire puede diferir de acuerdo con la diferencia de la proporción de
10. aire separado en cada una de las zonas.

15. La temperatura empleada en el horno de extracción del solvente, y el periodo de tiempo de exposición de la tira a ésta temperatura, son unos aspectos importantes del invento presente y son vitales para obtener un resultado satisfactorio.

20. Se ha averiguado que resulta un producto mejor si se aumenta la temperatura de una manera progresiva en las cuatro zonas del horno de extracción del solvente. Por ejemplo, la de la primera zona puede ser de 160°C, la de la segunda de 170°C, la de la tercera de 180°C mientras que la de la zona final será de 190°C. La velocidad de paso de la tira puede ser la necesaria para que cada punto de la tira se halle en el horno aproximadamente 8 minutos. Estas
25. temperaturas y tiempos son considerablemente mayores que las que harían falta para la extracción económica del solvente en el tiempo disponible, pero el motivo de emplear una temperatura mayor es el de obtener un material satisfactoriamente poroso al final de la elaboración. Naturalmente
30. la longitud del horno de extracción del solvente debe estar relacionada con la velocidad a la que se lleve a cabo el



proceso continuo; en la presente modalidad del invento se eligió un horno que tuviera 48 metros para que se acomodara a una velocidad de 6 metros por minuto.

- Otro requisito con el que se debe cumplir para obtener un producto satisfactorio cuando se usa una temperatura alta es que el plástico debe contener solamente unas cantidades insignificantes de gases retenidos puesto que si no se extrajeran producirían vesiculación. En la modalidad descrita, esto se consigue según se indicó anteriormente, ó sea, exponiendo la masa al vacío en la mezcladora del compuesto. No obstante, se pueden utilizar otros medios apropiados tal como un molino de amasar a través de una cámara de vacío ó un expulsor de husillo que extrae los gases retenidos por medio de antisifonaje, ó por un mecanismo de pistón ó émbolo con escape.

LA PLANTA DE RECUPERACION DE SOLVENTE 100.

- Según se indica de una forma esquemática en la Figura 1, el aire cargado de solvente que se separa del horno de extracción de solvente a través de la canalización de escape 90 se aspira mediante un ventilador principal de succión 101 a través de un enfriador a aproximadamente 35°C por agua fría seguido de un cambiador de calor 103 enfriado por un refrigerador a aproximadamente 4°C.

- Esta operación condensa el solvente y permite la recuperación de un gran porcentaje del mismo. Este solvente recuperado se envía al depósito de almacenaje 104. El resto del solvente se recupera haciendo pasar el aire a través de depuradoras de aceite 105, haciendo pasar entonces el aceite rico en gases por una columna de destilación 106 y condensando el vapor del solvente en un condensador

314092



107. El solvente condensado se separa en un separador 108 para extraer cualquier agua que pudiera existir, y entonces se hace pasar el solvente al depósito de almacenaje 104.

5. Los aprovisionamientos de composición de los ingredientes del solvente se mantienen en depósitos 109 y 110, mientras que el aprovisionamiento del agente humedecedor, Catafor 02 por ejemplo, que se utiliza en el procedimiento cuando el producto final se vá a utilizar en separadores de baterías, se mantiene en el depósito 111. La cantidad de agente humedecedor necesaria es tan pequeña que sería difícil asegurar su distribución satisfactoria si se añadiera directamente en la mezcladora. Por consiguiente, se disuelve en la proporción correcta con el solvente en un depósito de mezcla 112.

15. LA UNIDAD DE LIXIVIACION 120. FIGURAS 4 a 7.

20. La unidad de lixiviación 120 comprende un número determinado de depósitos poco profundos ó bandejas 121, cuatro por ejemplo, cada uno de 20 metros de largo, colocados juntos por sus extremos, y a través de los cuales pasa la tira de una forma continua. Cada bandeja está colocada ligeramente más alta que la anterior, según la dirección de recorrido de la tira, y se bombea agua en la última bandeja mediante una bomba dosificadora 122 (Figura 1) de modo que fluya contra la dirección del recorrido de la tira de la última a la primera bandeja, de donde la solución concentrada se envía por medio de una tubería 123 a la planta de recuperación de sal 130 en la que se evapora para recuperar el sulfato de amonio que se envía en forma de cristales a la tolva de aprovisionamiento 12 de la planta de sal. El líquido de lixiviación se mantiene a una temperatura de aproximadamente 90°C



mediante un calentador 124, y hay conectados a la unidad aspiradores 125 para la extracción del vapor que pudiera desprenderse.

- El montaje para el transporte de la tira a través la unidad de lixiviación es una característica de importancia en el procedimiento, que presentó ciertos problemas y es el objeto de la otra Solicitud de los mismos solicitantes. El material es en principio quebradizo en extremo y por consiguiente algo débil y además tiene la tendencia a experimentar ciertos cambios de tamaño. Por consiguiente en cada bandeja la tira se sustenta sobre un transportador inferior 126 de material perforado como Terilene ó Nilón tejidos, que corre debajo de la superficie del líquido de lixiviación en la bandeja y regresa del extremo de salida al extremo de entrada por debajo de la bandeja.

- Aún más, después de pasar por la etapa inicial de lixiviación, el material tendría tendencia a flotar, de modo que, a través del baño de lixiviación y hasta casi el final, es preferible que el material se mantenga sujeto firme pero suavemente al transportador. Por consiguiente, es preferible que en cada bandeja se dispongan los medios necesarios para sujetar la tira contra el transportador que la sustenta. A éste fin, cada bandeja está dotada de un transportador superior 127. Esto deberá hacerse de manera que no deteriore la tira con nervaduras, ni que tampoco evite que el líquido de lixiviación alcance todas las partes de su superficie. Para cumplir con éstos requisitos, el transportador superior consiste en un par de cadenas 128 entre las cuales se extiende un número determinado de escobillas 129 cuyas cerdas 131 descansan sobre la tira de material. La con



sistencia de las cerdas tiene una gran importancia y se ha averiguado que las fibras de polipropileno son adecuadas y generalmente retienen su elasticidad en la humedad además de ser de duración.

5. Los transportadores superior é inferior están dotados de dispositivos motores adecuados, como motores eléctricos, que impulsan los transportadores. Estos motores están provistos de dispositivos de regulación eléctricos para adaptar la velocidad entre sí, pero también se dispone de aparatos de armonización para variar la velocidad de cada motor de una forma independiente. De éste modo las velocidades de los dos transportadores pueden variarse simultáneamente en el grado que se desee.

15. Tan pronto como el material sale del horno de extracción de solvente y comienza a enfriarse, se hace muy quebradizo. El extremo de salida del transportador 82 en el horno de extracción del solvente está inclinado hacia abajo según se representa en la Figura 4 en un ángulo de unos 30° y un par de placas de deslizamiento sobrepuestas 132 y 133 están dispuestas para trasladar la tira al transportador inferior 126 de la primera bandeja de la unidad de lixiviación: Esta parte del transportador, que regresa por debajo de la bandeja, pasa por debajo de un rodillo 151, asciende por encima del transportador 82 a un rodillo de extremo 152, de donde desciende en ángulo suave (10° a 12° con respecto a la horizontal) a la primera bandeja 121. Una placa 153 se interpone entre las bandas del transportador 82 y 126 para evitar que el líquido escurriera de ésta última a la primera, que estará caliente.

30. Se monta una placa de deslizamiento 132 para que



se mueva con el rodillo guía 134 del transportador del no
no 82 mientras que la otra 135 la lleva la primera bandeja
de lixiviación, de modo que una pueda deslizarse sobre la
otra para llenar el espacio. De esta forma el material
quebradizo se introduce en la primera bandeja de lixivía-
ción sin necesidad de aplicar sobre él esfuerzo ó resisten
cia algunos. En esta primera bandeja se empapa rápidamen-
te y se hace flexible continuando siendo débil.

5. El transportador inferior 126 desciende suavemen-
te hacia el fondo de la bandeja y pasa por debajo de una
10. barra de guía transversal 147 antes de levantarse ligeramen-
te para pasar sobre la primera de una serie de barras de
sustentación 148. No es de desear que la tira de material
pase por debajo de la barra de guía 147 y para evitarlo la
15. barra de guía porta una placa desprendedora 146. Esta tie-
ne una forma casi semicircular con los extremos cortados y
su borde convexo se extiende de la barra en dirección de
la tira que se aproxima para separarla de la banda del trans
portador 126 y la hace pasar sobre la barra de guía 147.

20. De manera similar, en otros puntos donde el trans
portador de Terilene se desvía de una trayectoria descenden-
te a una horizontal, ó de una trayectoria horizontal a una
ascendente, tiene que pasar por debajo de un rodillo ú otro
tipo de guía y es preferible que la tira de material no lo
25. haga.

"De ésta manera al final de la primera bandeja
según se representa en la Figura 5, el transportador de Te-
rilene 126 pasa por encima de una barra de sustentación 141
y entonces por debajo de una barra 142 dotada de una placa
30. desprendedora 143 que al igual que la placa desprendedora



146 tiene un borde conductor, de perfil convexo descansando ligeramente sobre el transportador para desprender la tira del transportador y guiarla por encima de la barra 142. En tonces el transportador asciende para separar la tira del líquido y pasa sobre un rodillo 144. En éste punto, la tira se traslada al transportador de Terilene y se levanta por encima del nivel de la segunda bandeja y pasa alrededor del rodillo 145. En éste punto en el que el transportador de Terilene se desvía de una trayectoria descendente a otra horizontal se dispone de una placa desprendedora 146 según se representa en la Figura 4. Se emplea una disposición similar de transportadores para el traslado de una bandeja a otra.

La Figura 5 representa también una tubería 154 que permite el flujo de líquido de la segunda bandeja a la primera. Un extremo de ésta tubería se abre fuera del costado de la segunda bandeja cerca del extremo por el que penetra la tira, y su otro extremo se abre por encima del extremo adyacente de la primera bandeja. Se halla conectado a ésta última de modo que se puede mover en horizontal para permitir la expansión de las bandejas muy largas, y además se puede ajustar en vertical para controlar el nivel del líquido en la segunda bandeja.

Un tabique 157 se extiende a través de la segunda bandeja desde la salida hacia arriba. Este tabique se extiende desde encima del nivel del líquido dejando un pequeño espacio libre cerca del fondo de la bandeja. Esto asegura que el líquido que fluye a la salida se toma de todo el ancho de la bandeja y del estrato más bajo del líquido donde suele formar la solución más concentrada de líquido.



En la última bandeja, según se indica en la Figura 6, el transportador de escobillas 127 termina a algunos metros del extremo de salida del horno de manera que la tira flote libremente sobre la superficie del líquido de lixiviación, volviéndola a coger el transportador de Terilene 126 solamente cuando tiene que salir de la bandeja. Por estos medios, la tira queda libre para adoptar sus dimensiones naturales y queda térmicamente estabilizada.

10. Aquí el transportador 126 alrededor de un rodillo de extremo 155 que descansa encima de un transportador inclinado 161 que transporta la cinta para hacerla subir al horno de secado. Existen unos rodillos de goma esponjosa: 165 para mantener la cinta en contacto con el transportador 161.

15. El transportador de escobillas 127, de cada depósito, está dispuesto de manera que las escobillas toquen la tira solamente cuando descansa en un plano completamente vertical, puesto que las partes de escobilla que se curvan en los extremos del transportador llevarán una mayor velocidad y tendrían la tendencia a apelotonar la tira.

20. Según se representa en las Figuras 5 y 7 las fibras de las escobillas se hallan montadas en soportes metálicos 135 unidas por conexiones de pasadores 136 a unos brazos en forma de L 137 sujetos a los eslabones de la cadena 128. Determinados eslabones de una cadena 128 se unen mediante varilas 138 a los eslabones correspondientes de la otra cadena para evitar que las cadenas se retuerzan.

25. De ésta forma, cuando el transportador de cadena devuelve las escobillas a la posición invertida el peso de cada escobilla de regreso hace que descansa en el extremo

30.

314092



1905

- interior de la ranura longitudinal del soporte. Cuando una escobilla llega a los rodillos en el principio del transportador y comienza a girar alrededor del rodillo, la escobilla tiende a deslizarse al extremo exterior de la ranura, pero lo evita la varilla de deslizamiento 139 colocada en forma de cuadrante con el que se ajusta el soporte de la escobilla. Solamente cuando la escobilla se retira del extremo de la varilla de deslizamiento, puede deslizarse al extremo exterior de la ranura haciendo contacto con la tira del material de trabajo. El punto en el que el soporte de la escobilla se desprende de la barra de deslizamiento, deslizándose así al extremo exterior de la ranura y sujetando la tira de material de trabajo, se dispone de modo que la escobilla se suelte después que los soportes hayan tomado de nuevo la posición vertical. Esto asegura que el material quede cogido entre la escobilla y el transportador inferior de tejido de Terilene 126, cuando ambos viajan a la misma velocidad lineal.

- La disposición de que la escobilla pueda deslizarse en su soporte, asegura que la presión de las cerdas sobre la tira corresponda al peso de la escobilla y quede prácticamente libre de variaciones en dimensiones tal como el largo de las cerdas, la separación entre las cadenas y la banda de Terilene, y el grosor de la tira. El transportador de escobillas ejerce una presión sobre la tira dentro del líquido y la mantiene en contacto con el transportador de Terilene para evitar que se arrugue o se pliegue. Aún más, cuando los transportadores superior é inferior funcionan de una manera sincronizada para evitar que la tira se apilote, la presión de las cerdas para mantener la tira sujeta al trans



portador inferior tiende a evitar del transportador inferior debajo de la tira a grandes velocidades de transporte.

- En la forma de realización descrita la tira y el líquido fluyen a contraflujo con respecto al orden en el que pasan a través de las diversas bandejas. Es decir, la tira pasa a través de las bandejas en una dirección y el líquido las atraviesa en otra contraria. Además, es preferible generalmente que la tira y el líquido pasen por cada bandeja a contraflujo y para conseguirlo las bandejas se unen según se describe con relación a la Figura 5.
- 5.
- 10.

- No obstante este fin puede verse perjudicado parcialmente por la acción agitadora de los transportadores. Para vencer ésta dificultad, se pueden disponer uno ó más tabiques ó esclusas perforadoras (sin representar) extendiéndose a través de una bandeja en uno ó más puntos intermedios de su longitud. Cada tabique se prolonga ligeramente por encima de la superficie del líquido y la parte superior por donde pasa la banda del transportador inferior, es suave. De ésta forma la tira se levanta temporalmente saliendo del líquido en cada punto en el que pasa por encima de su tabique. Los tabiques no impiden el flujo constante de líquido de un extremo a otro de la bandeja, pero evitan la mezcla del líquido a lo largo de la longitud de la bandeja, de modo que la concentración de sal pueda ser substancialmente mayor en un extremo que en el otro.
- 15.
- 20.
- 25.

- Se comprobará que una de las ventajas de la instalación de transportadores descritos es que a pesar de conseguirse un buen agarre del artículo transportado, la instalación puede transportar artículos separados no siendo necesario cargarlos a Mano. Esto tiene una utilidad especial
- 30.



en procedimientos continuos y cuando se manejan materiales frágiles, puesto que una interrupción en la tira continua no necesita operación de recargar y, de ésta forma, no se interrumpe la producción. En el procedimiento particular descrito, la operación de recargar consumiría un tiempo precioso puesto que los resultados obtenidos en las bandejas de lixiviación se perjudicarían si se tuvieran que cargar tiras a mano.

5.

En la modalidad descrita del invento, las cerdas están hechas de Polipropileno y tienen una longitud de 19 milímetros de longitud y de 0,25 milímetros de grueso.

10.

EL HORNO DE SECADO 160.

La tira pasa de la última de las bandejas de lixiviación sobre un transportador inclinado 161 al horno de secado. Segun se indica de una manera esquemática en la Figura 1, ésta operación comprende tres etapas: La tira avanza sobre un transportador 162 en la etapa o zona superior, regresa entonces sobre un segundo transportador 163 de la segunda etapa y, finalmente, avanza en la tercera zona sobre un tercer transportador inferior 164. El transportador y la tira sobresalen del horno entre cada etapa y la siguiente; ésto facilita la inspección de la operación de secado. El horno se calienta mediante aire caliente, hallándose la temperatura de las dos primeras etapas ó zonas muy por encima de la temperatura de reblandecimiento del plástico, mientras que en la tercera zona es sensiblemente inferior a la citada temperatura de reblandecimiento. De ésta forma, en tanto la tira permanezca húmeda la humedad mantendrá el material a una temperatura inferior a la de reblandecimiento y el uso de aire a mayores temperatu-

15.

20.

25.

30.



ras facilita y apresura el secado. En la tercera etapa ó zona en la que la tira alcanza un estado seco, se deberá mantener la temperatura en un punto más bajo. Cuando el cloruro de polivinilo se utiliza en la composición del ma

5. terial, las dos primeras zonas de secado se ponen a 150°C, mientras que la tercera zona se mantendrá a 60°C.

LA UNIDAD CORTADORA 170.

Desde el horno de secado la tira pasa a una cor-
tadora corriente 171 que comprende cuchillas giratorias
10. que iguala sus bordes y la divide longitudinalmente y una
guillotina 172 de movimiento alternativo que corta la ti-
ra a los largos necesarios para separadores.

LA PLANTA RECUPERADORA DE RECORTES.

Los recortes de los bordes se desmenuzan mediante
15. un ventilador que al mismo tiempo los aspira a través de
una tubería 181 llevándolos a la unidad de recuperación de
recortes 180. En ésta unidad, los recortes desmenuzados
entran en un extractor de polvos 182 del que pasan a una
cortadora rotatoria 183 que los pica en pequeños trozos.
20. Entonces se hacen pasar a través de otro extractor de pol-
vos 184 y una tubería 185 al extractor 35 situado en la plan-
ta de mezcla de polvos 30, de donde caen a la tolva de al-
macenaje 36.

Aunque el invento se haya descrito aplicándolo a
25. una operación cónstina, se podrá apreciar que también se
puede aplicar en una operación a menor escala, por tandas.

Se recordará que se incorporó a la mezcla inicial
un compuesto con propiedades humedecedoras y que produce
variación en la tensión interfacial de dos cuerpos que com-
30. prende Catafor 02, junto con el solvente. Este agente hu-



medecedor se elige cuidadosamente para que no le afecten las temperaturas necesarias para llevar a cabo el procedimiento y también para que no se disuelva en el agua empleada en la lixiviación del sulfato amónico. Como resultado,

5. el agente humedecedor permanece en el material a través de toda la operación y es innecesario someter el separador acabado a una operación adicional algo más larga para la incorporación de un agente humedecedor.

En general los agentes humectantes tienen que resistir el calor y agua hirviendo en las condiciones ó estados a los que se les somete a lo largo de la operación y, asimismo, en el caso de fabricación de separadores para baterías han de ser agentes eficaces en el ácido de la batería. El uso de dichos agentes humectantes se describe

10. en la Memoria otra solicitud de los mismos solicitantes.

15.

Para que sea eficaz un agente humectante en soluciones de ácidos fuertes tales como los ácidos de baterías, parece ser que un requisito imprescindible que la molécula sea catiónica y que tenga un peso molecular en el orden de al menos 500.

20.

Aunque éste invento se ha descrito con relación a un solo material a elaborar, cloruro de polivinilo sin plastificar, y para un procedimiento de elaboración de separadores para baterías, el invento no se puede limitar a los materiales ó usos descritos.

25.

Se puede utilizar una variedad de otras resinas y solventes y materiales de formación de poros para la producción de un material que tenga las propiedades deseadas de porosidad, pero en éste caso se tendrán que aplicar otras condiciones al procedimiento.

30.



Cualquier resina que se ablande por la influencia del calor y que produzca una gela con un solvente apropiado, puede usarse perfectamente.

5. Son solventes apropiados los quetónicos, aromáticos y de clorotolueno para las resinas, y comprenden isoforona, dimetilciclohexanona, ciclohexanona, trementina mineral y xileno.

10. El material para la formación de poros puede ser cualquier material sólido que se pueda obtener en una forma de partícula fina, que no se descomponga en ninguno de los estados por los que tiene que atravesar a lo largo de la operación y que se puede extraer con facilidad por medio de un líquido apropiado de lixiviación.

15. Estos materiales apropiados para la formación de poros comprenden los materiales que tienen estabilidad térmica a 250°C y que son solubles en agua. Para aplicaciones de acumuladores de plomo es necesario, naturalmente, utilizar un material para la formación de poros, como por ejemplo, un sulfato, que no contenga radicales capaces de producir una sal de plomo soluble y, para éste caso en particular, los materiales apropiados para la formación de poros comprenden las sales de metales alcalinos y alcaning
20. térreos y las sales de amonio, Las sales preferidas para aplicaciones de baterías son el sulfato amónico, el sulfato sódico y el sulfato de magnesio hidratado.
- 25.

Para aplicaciones distintas a las de baterías se pueden utilizar también los cloruros y bicarbonatos, aunque las sales preferibles en éste caso comprenden también el cloruro de sodio y el bicarbonato sódico.

30. Una medida para saber las propiedades de poro

314092



5. sidad deseada de un separador microporoso para baterías es el valor de la resistencia eléctrica por unidad de área R al paso de una corriente eléctrica a través del material cuando éste se sumerge en un electrolito. Para fines comparativos, la razón R/T de ésta resistencia, R , al grosor T , de la muestra es una unidad conveniente. Para un separador satisfactorio de baterías la razón habrá de ser igual ó inferior a 1,5. Un separador de batería muy bueno tendrá un valor R/T de 0,5.
10. Algunas muestras fabricadas mediante el procedimiento de éste invento han alcanzado éste valor R/T tan bajo.
15. Los separadores para baterías contruidos anteriormente de papel impregnado de resina han alcanzado valores R/T del mismo orden general de 1,5 - 0,7 pero esto se ha conseguido en general solamente en separadores que han tenido una duración comparativamente corta.
20. Se cree que los separadores fabricados de conformidad con el presente invento además de conseguir éstos valores R/T deseables poseen también la resistencia característica de los separadores porosos de plástico.
25. Se deberá apreciar que un material que tenga las propiedades de porosidad satisfactorias para otros usos que no sean su aplicación como separadores para baterías pueden tener un valor R/T mayor que 1,5.
30. Las siguientes tablas contienen todas las resultados obtenidos en condiciones de experimentación y no las obtenidas en condiciones de elaboración continua como la descrita anteriormente. Las partes dadas en las mezclas iniciales se dan todas por peso.

314092



5. Se han realizado experimentos con diversos materiales para la formación de poros y se ha averiguado que, en general, la fluctuación en los valores R/T producida sólomente por el cambio del ingrediente formador de poros no parece que sea muy grande.

EFEECTO DEL TRATAMIENTO DE CONMOCION TERMICA EN DIVERSOS PLASTICOS.

10. En la tabla 1 se ponen ejemplos de varios plásticos apropiados junto con el efecto en tamaño de poro y resistencia resultantes del uso en todos los casos de una temperatura de conmocción térmica de 170°C durante el proceso. Ello indica que la exposición a la temperatura de conmocción térmica produce un marcado efecto en las propiedades de cada uno de los cuatro plásticos. En estos 15. ejemplos en particular los ingredientes fueron los siguientes:

Material de trabajo (resina)	100 partes
Material para la formación de poros (cloruro de partícula que se hallaba sensiblemente dentro de los límites de 7 a 25 micrones)	600 partes
Solvente	220 partes

25. El solvente fué, en el caso de la muestra de cloruro de polivinilo, dimetilciclohexanona; en el caso de las dos muestras de polietileno fué trementina mineral y en el caso de la muestra de polipropileno, fué xileno. Los tres ingredientes listados arriba se mezclaron en una mezcladora con camisa de vapor durante un tiempo suficiente para asegurar la completa dispersión de las partículas 30. formadoras de poros en la gela formada a partir del mate-



- rial de trabajo y el solvente; la masa resultante se expulsó en forma de lámina, con un grosor de 0,76 milímetros. La lámina expulsada se dividió entonces en dos trozos, sometiéndose un trozo B a una temperatura de
5. 170° C. durante un período de tiempo suficiente para extraer de una forma substancial todo el solvente y para asegurarse de que el material sensiblemente libre de solvente alcanzó una temperatura de conmoción térmica de 170° C; el otro trozo A se calentó a una temperatura de 90° C.
10. sólo durante un período de tiempo suficiente para extraer de una manera sensible todo el solvente por evaporación. Entonces se extrajo todo el cloruro de sodio del material en elaboración por lixiviación en agua caliente y el material microporoso resultante se secó a una temperatura de 60° C. Entonces se probaron todas las muestras para averiguar el tamaño de poro y resistencia eléctrica cuando se saturaban con el ácido de la batería.
- 15.

TABLA 1

Material de trabajo	Tamaño de poros (micrones)		Resistencia (ohm/cm ²)		R/T	
	A	B	A	B	A	B
Cloruro de Polivinilo	0,9	3,0	0,031	0,006	6,7	1,5
Politeno de <u>ba</u> ja densidad	0,9	6,5	0,028	0,006	6,1	1,4
Politeno de <u>al</u> ta densidad	0,9	5,0	0,03	0,007	6,7	1,5
Polipropileno	0,9	-	0,03	0,011	6,7	2,5



Dependencia de R/T etc. en la Temperatura de Conmoción Térmica TS

La tabla 2 muestra los resultados obtenidos con una muestra de cloruro de polivinilo/sulfato de sodio. En este ejemplo particular los ingredientes fueron los siguientes:

Material de trabajo (P.V.C.)	100 partes
Material para la formación de poros (sulfato de sodio anhidro finamente molido con un tamaño de partículas dentro de los límites de 7 a 25 micrones)	800 partes
Solvente (dimetilciclohexanona)	220 partes

Estos tres ingredientes se mezclaron muy bien en una mezcladora interna de camisa de vapor hasta la total dispersión de las partículas de sulfato de sodio. La masa resultante se extrusionó en forma de una lámina plana de aproximadamente 0,76 milímetros de grosor y se extrajo la dimetilciclohexanona de esta tira por evaporación a 100° C. Entonces se sometieron las muestras del material prácticamente libre de solvente a temperaturas entre los 100° C y los 200° C. seguido de la lixiviación de la sal soluble en agua y del secado de las muestras a 60°. Se probaron estas muestras para hallar la resistencia eléctrica, cuando se hallaban completamente saturadas con ácido sulfúrico para baterías; la permeabilidad al agua; diámetro de poros y resistencias al desgarramiento y a la tensión. La Tabla 2 muestra los valores alcanzados con estas pruebas contra la temperatura de conmoción térmica a la que se sometió cada muestra en particular durante la etapa de calentado a alta temperatura. Se verá rápidamente en la Tabla 2 que al aumentar la temperatura de conmoción térmica, aumentó el tama



ño de poro y la permeabilidad al agua y que disminuyó la resistencia eléctrica y resistencia mecánica.

TABLA 2

Temperatura en °C de conmoción térmica	Tamaño de poros en micrones	Permeabilidad del agua.	Resistencia a la tensión en grams/centímetro de ancho.	Resistencia al desgarramiento en grams.	Resistencia eléctrica en ohmios/cm ² .	R/T
100	0,9	0,01	3,900	1.200	0,200	6,67
120	0,9	0,03	3,600	1,050	0,168	5,60
150	2,1	0,4	2,700	740	0,062	2,07
180	3,4	1,58	2,200	420	0,036	1,20
200	5,8	4,40	1,000	260	0.022	0,73

Medido en ccs/min/cm² aprox. 0,05 Kg/cm² de presión.

De esta forma, eligiendo la temperatura apropiada de conmoción térmica se pueden conseguir unas propiedades predeterminadas del cloruro de polivinilo microporoso dentro de unos límites muy amplios. El límite superior en el grado de conmoción térmica al que se puede someter el material sin lixiviar es aquél impuesto por el material de trabajo utilizado, puesto que la temperatura empleada no debe ser claramente tan alta que cause una descomposición notable del material de trabajo.

Asímismo, el invento se puede utilizar para la producción de materiales filtrantes rígidos, permeables al agua, por ejemplo a partir del polietileno, de alta densi-



314092

dad.

5. La elaboración continua descrita anteriormente es apropiada en particular para este material puesto que los geles de polietileno de alta densidad son susceptibles de cristalizar al enfriarse y esto evita la formación de materiales porosos. En la elaboración continua, la temperatura de la mezcla se puede mantener a un nivel apropiado evitando así la cristalización del polietileno de alta densidad.

10. La Tabla 3 muestra los resultados obtenidos con una muestra de polietileno del alta densidad/cloruro de sodio.

En éste ejemplo particular los ingredientes fueron los siguientes:

Material de trabajo (polietileno de alta densidad)	100 partes
Material de formación de poros (cloruro de sodio con un tamaño de partículas dentro de los límites de 7 a 25 micrones)	800 partes
Solvente (xileno)	220 partes

20. Estos ingredientes se mezclaron entre sí a 90° C. durante el tiempo suficiente para asegurar una mezcla perfecta. Entonces se moldeó por expulsión la mezcla sin enfriarla después, e inmediatamente, se sometió a la temperatura de conmoción térmica, del orden de 190° C, durante el tiempo suficiente para extraer todo el solvente de una manera substancial y para asegurar que en substancia todo el material había alcanzado la citada temperatura de conmoción térmica.

25. Entonces se extrajo el cloruro de sodio del material de trabajo por lixiviación en agua caliente y el material rígido microporoso resultante se secó a la temperatura

30.



tura de 60° C.

314092

Entonces se probó para hallar su tamaño de poros y permeabilidad al vapor de agua.

TABLA 3

5.

Se hicieron tres muestras idénticas pero se calentaron a distintas temperaturas; esta Tabla compara sus propiedades resultantes.

Temperatura de conmovión térmica.	Tamaño de poros (micrones).	Permeabilidad al agua líquida.	Permeabilidad al aire.
180° C.	3,3	1,2	0,35
190° C.	3,4	1,3	0,42
200° C.	4,2	5,7	1,72

La permeabilidad al aire se expresa en ccs/cm²/cm carga de agua líquida/minuto. La permeabilidad al agua líquida se expresa en ccs/cm²/50 cms carga de agua líquida/minuto.

20.

El procedimiento de este invento no se limita a la producción de plásticos microporosos rígidos o semirígidos si no que también se puede emplear para la producción de productos derivados de la goma como los que se pueden obtener del cloruro de polivinilo plastificado o gomas de poliuretano. Los productos elaborados con este tipo de materiales no son apropiados para usarse como separadores para baterías pero pueden encontrar aplicación en otros artículos como los que se ponen en contacto con el cuerpo,

25.

como por ejemplo ropa y tapicería donde las propiedades de

30.



gran permeabilidad al vapor húmedo y buen aislamiento térmico de dichos materiales microporosos producen una aumentada comodidad. Con productos de este tipo se usa la permeabilidad al vapor de agua como criterio de adaptabilidad o conveniencia y no la resistencia eléctrica o valor R/T. En los ejemplos que se dan a continuación se verá que siguiendo el procedimiento del invento se consigue una gran mejora en la permeabilidad al vapor de agua de las láminas microporosas derivadas de la goma.

5. La Tabla 4 muestra los resultados conseguidos con una muestra de goma de poliuretano/cloruro de sodio.

En este ejemplo particular los ingredientes fueron los siguientes:

Material de trabajo (goma de uretano, Deltaflex 2S)	100 partes
Material formador de poros (cloruro de sodio con un tamaño de partículas dentro de los límites de 8 a 25 micrones)	300 partes
Solvente (dimetilciclohexanona)	50 partes

20. Se mezclaron estos tres ingredientes entre sí en una mezcladora calentada al vapor durante un tiempo suficiente (1 a 2 horas) para asegurar la dispersión completa del material formador de poros. Entonces se añadió un agente de enlace de cadenas (Suprasec G) (60 partes) y se mezcló de una forma continua para ligar totalmente todos los ingredientes. Entonces se dejó enfriar la mezcla antes de someterla a moldeo por expulsión para hacer una lámina de 0,10 milímetros. Entonces se dividió la lámina moldeada en dos mitades; un trozo B se sometió a una temperatura de 195° C. durante el tiempo necesario para extraer en substancia todo el solvente y para que el mate-

25.

30.

314092¹



rial alcanzara sensiblemente esta temperatura de conmocion térmica de 195° C.; el otro trozo A se calentó a una temperatura de 90° C, sólomente durante el tiempo suficiente para extraer en sustancia todo el solvente por evaporación.

- 5. Entonces se extrajo el cloruro de sodio de ambos trozos del material de trabajo por lixiviación en agua caliente y las láminas de goma microporosas resultantes se secaron a una temperatura de 60° C. Entonces se probaron ambas muestras para hallar el tamaño de poros y la permeabilidad al vapor de agua.
- 10.

TABLA 4

Propiedades	A	B
Permeabilidad (+)	2780	3560
Tamaño de poros (micrones)	0,8	1,4

(+) La permeabilidad al vapor de agua se expresa en gm/m²/24 horas a 38° C. con una atmósfera seca mantenida en un lado de la lámina y una humedad relativa del 100 % en la otra cara.

- 20. La Tabla 5 nos muestra los resultados de una muestra de cloruro de polivinilo plastificado/cloruro de sodio.

En este ejemplo particular los ingredientes fueron los siguientes:

- Material de trabajo (cloruro de polovinilo) 100 partes
- Material de formación de poros (cloruro de sodio con unos límites de tamaño de partículas entre 20 y 70 micrones) 700 partes
- Solvente (dimetilciclohexanona) 230 partes
- 30. Plastificante para el material de trabajo (sebacato de polipropileno) 850 partes

314092

JUN



Estos cuatro ingredientes se mezclaron completamente en una mezcladora interna de camisa de vapor durante el tiempo suficiente para que el material formara un gel por la acción del solvente y el plastificante y para que se dispersara totalmente el material de formación de poros por este gel. Entonces se sometió a moldeo por expulsión el gel para formar una lámina plana de 0,63 milímetros de grosor. La lámina moldeada se dividió en dos trozos, sometiéndose uno de los trozos B a una temperatura de 200° C. durante el tiempo suficiente para extraer de una forma substancial todo el solvente y para asegurar que prácticamente todo el material alcanzara en esencia esta temperatura de convección térmica de 200° C.; el otro trozo A se calentó a una temperatura de 90° C. solamente durante el tiempo suficiente para extraer todo el solvente por evaporación. Se extrajo el material formador de poros de ambos materiales por lixiviación en agua caliente y las láminas de cloruro de polivinilo microporosas plastificadas se secaron a una temperatura de 30° C. Entonces se probaron muestras de cada trozo para hallar el tamaño de poros y permeabilidad al vapor de agua.

TABLA 5

<u>Propiedades</u>	<u>A</u>	<u>B</u>
Permeabilidad	172	1712
Tamaño de poros (micrones), menos de	0,8	1,9

La permeabilidad al vapor de agua se expresa en gm/m /24 horas a 38° C. con una atmósfera seca mantenida en un lado de la lámina y una humedad relativa del 100 % mantenida en el otro lado.

Es evidente que los resultados dados en las Ta-

314092



5. blas 4 y 5 que los materiales de láminas de goma microporo-
sas fabricadas de acuerdo con los procedimientos de este
invento poseen una permeabilidad marcadamente perfecciona-
da y aumentada al vapor de agua, cuando se compara con
muestras idénticas que no se hayan elaborados según el in-
vento.

10. Se apreciará que el invento no se limita al uso
de una elaboración continua como la descrita para ilustrar
el invento, y de hecho, se puede llevar a la práctica de
manera muy conveniente para la producción por tandas.

Se habrá notado que los ejemplos expuestos se ob-
tuvieron de hecho utilizando los procedimientos del inven-
to en elaboración por tandas.



- 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 se hace constar que el invento se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Inglaterra, con fecha 12 de Junio de 1964, nº 24576/64, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE UNA LAMINA MICROPOROSA"; caracterizándose por lo siguiente:
1. "Un procedimiento para la fabricación de una lámina microporosa", comprende la adición de un material plástico, sintético ó natural, ó material de trabajo, un material lixiviable reducido a partículas y graduado para la formación de poros y un solvente para el material de trabajo incompatible con el material de formación de poros pero con capacidad para formar un gel con el material de trabajo, siendo suficiente la cantidad de solvente para asegurar que la mezcla total de los ingredientes formarán una masa coherente, mezclar totalmente los ingredientes para formar la masa, y dar luego forma de tira a la misma, caracterizado porque se calienta la tira a unas temperaturas y durante unos períodos de tiempo tales que se extraiga prácticamente todo el solvente y además la tira alcance una temperatura, denominada temperatura de connción



314092

térmica, substancialmente mayor que la temperatura necesaria para extraer totalmente el solvente; comprendiendo también la inmersión de la tira en un baño acuoso para lixiviar el material formador de poros, y el secado de la tira.

5.

2. Un procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad de solvente es la necesaria para formar un gel con el material de trabajo que tenga un volumen sensiblemente mayor que el volumen original del mismo.

10.

3. Un procedimiento, según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el procedimiento es continuo.

15.

4. Un procedimiento, según las reivindicaciones 1, 2 ó 3 caracterizado porque comprende la graduación del material para la formación de poros molándolo hasta alcanzar unos límites de tamaño de partículas cuyos límites comprenden una proporción sensible de partículas más gruesas que el grado requerido; alimentar con dichas partículas molidas un clasificador de aire para separar dichas partículas gruesas del resto y de devolución de las mismas al molino para una segunda molturación.

20.

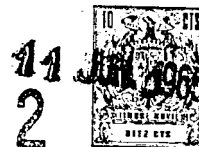
5.- Un procedimiento, según la reivindicación 4, caracterizado porque comprende el paso de las partículas molidas a través de un extractor de polvo por aire que se para las partículas excesivamente finas.

25.

6. Un procedimiento, según las reivindicaciones anteriores caracterizado porque la temperatura de convección térmica se halla situada entre una temperatura mínima a la que tiene lugar una destrucción aceptable de la encapsulación y una temperatura máxima que se encuentra por debajo

30.

314092



de la que causaría una descomposición esencial del propio material de trabajo.

5. 7. Un procedimiento, según la reivindicación 6, caracterizado porque la temperatura de concción térmica es considerablemente mayor que la necesaria para extraer el solvente por evaporación.
10. 8. Un procedimiento, según la reivindicación 7, en el que la temperatura de concción térmica es superior a la temperatura de reblandecimiento del material de trabajo.
15. 9. Un procedimiento, según la reivindicación 8, caracterizado porque la temperatura de concción térmica es superior a la temperatura de fusión del material de trabajo.
20. 10. Un procedimiento, según la reivindicación 6, caracterizado porque el material de trabajo es cloruro de polivinilo y la temperatura de concción térmica no es inferior a 150° C.
25. 11. Un procedimiento, según la reivindicación 6, caracterizado porque el material de trabajo es polietileno de baja densidad y la temperatura de concción térmica no es menor de 130° C.
30. 12.- Un procedimiento, según la reivindicación 6, caracterizado porque el material de trabajo es polietileno de alta densidad y la temperatura de concción térmica no es menor de 150° C.
13. Un procedimiento, según la reivindicación 6, caracterizado porque el material de trabajo es polipropileno y la temperatura de concción térmica no es inferior a 170° C.



5. 14. Un procedimiento, según la reivindicación 6, en el que el material de trabajo es cloruro de polivinilo plastificado con plastificante de hasta el 60 % del peso de la resina y la temperatura de connción térmica no es inferior a 130° C.
15. 15. Un procedimiento, según la reivindicación 6, caracterizado porque el material de trabajo es el material de poliuretano y en el que la temperatura de connción térmica no es inferior a 185° C.
10. 16. Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el calentamiento se lleva a cabo en dos etapas: una primera etapa a una temperatura comparativamente baja en la que se extrae prácticamente todo el solvente y una segunda etapa a aproximadamente la temperatura de connción térmica para romper la encapsulación.
15. 17. Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque el calentamiento se lleva a cabo a una temperatura y tiempo suficientes para extraer primero el solvente y para después romper la encapsulación.
20. 18. Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado porque la masa se desairea antes de darla forma de tira.
25. 19. Un procedimiento, según la reivindicación 18, caracterizado porque se mantiene una reserva en almacenaje de masa preparada y desaireada.
30. 20. Un procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado porque sóloamente una parte del solvente se añade en principio a la mezcla



que se amasa en un estado relativamente fuerte, después de lo cual se añade el solvente restante y se mezcla con la masa antes de darle forma de tira.

5. 21. Un procedimiento, según la reivindicación 20, caracterizado porque la masa se desairea al desmenuzarla en pequeñas partículas que se dejan caer a través de una cámara de vacío.

10. 22. Un procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, en el que se hace pasar la tira entre rodillos que forman nervaduras al menos en una de sus caras.

15. 23. Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que el calentamiento se lleva a cabo haciendo pasar la tira en un transportador de sustentación a través de un horno de una manera continua.

24. Un procedimiento como el de la reivindicación 23 en el que se hace salir la tira de un horno en dirección descendente hacia un baño de lixiviación.

20. 25. "Un procedimiento para la fabricación de una lámina microporosa" tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, y dibujos adjuntos.

Esta memoria consta de cuarenta y seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 11 JUN. 1965

POROUS PLASTICS LIMITED,

J. GÓMEZ ACEBO Y MÓDÉR

p. p. Firmado: Hernández Ruiz

314092

ESCALA VARIABLE

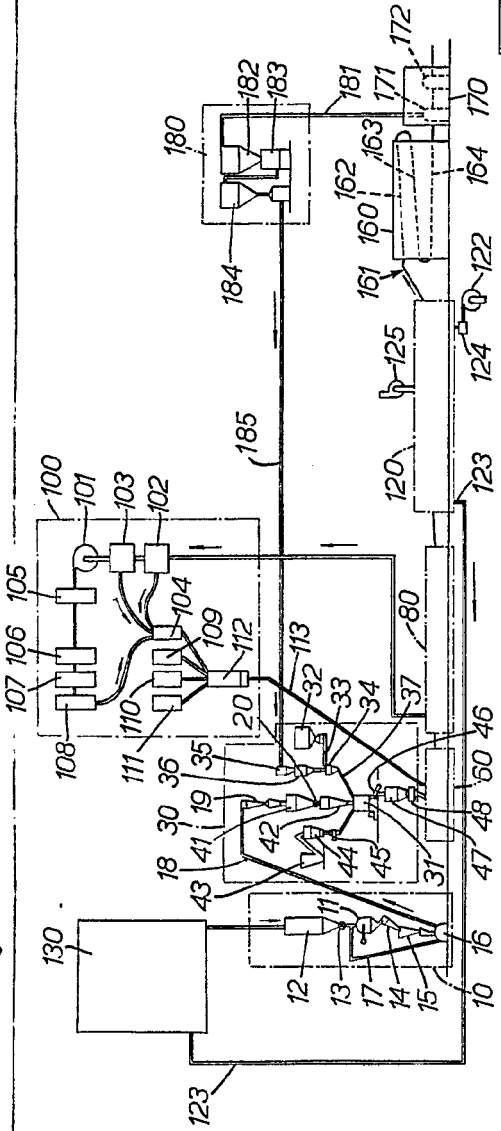


FIG. 1.

JUN 1953

JUN 1953

JUN 1953

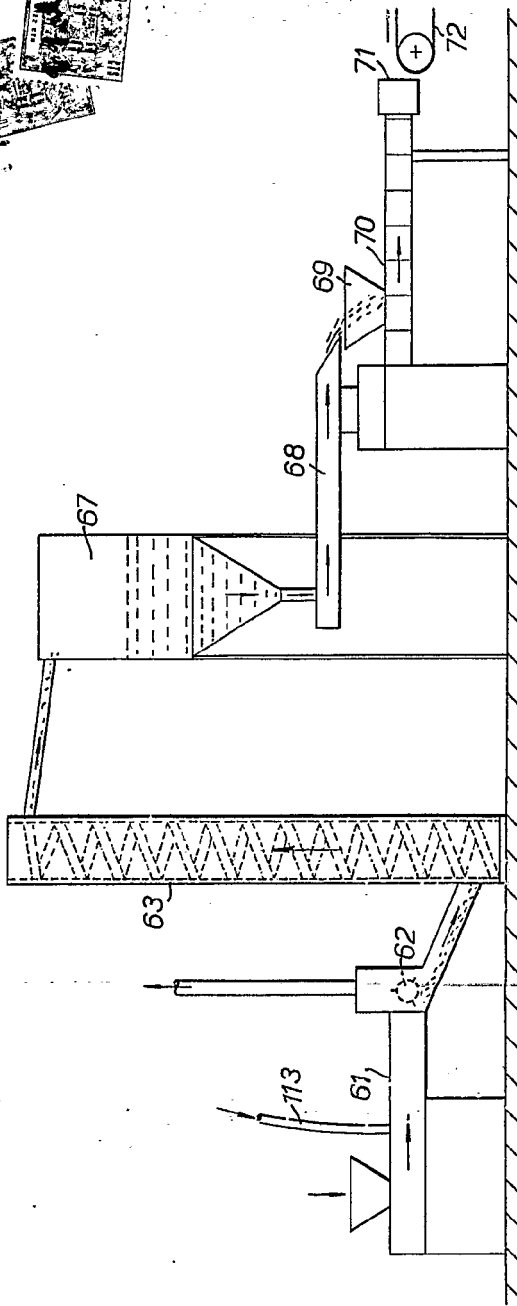


FIG. 2.

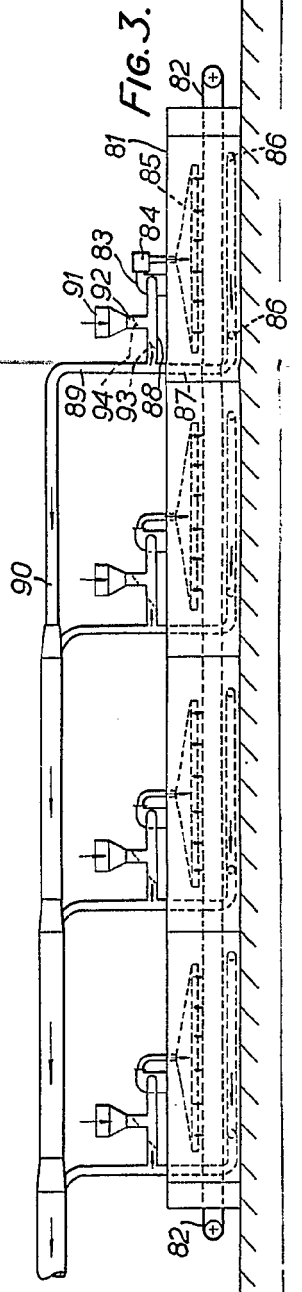


FIG. 3.

11 JUL 1956

Mexico

LEON Y MODELL

por E. Brimble F. Hernandez Ruiz

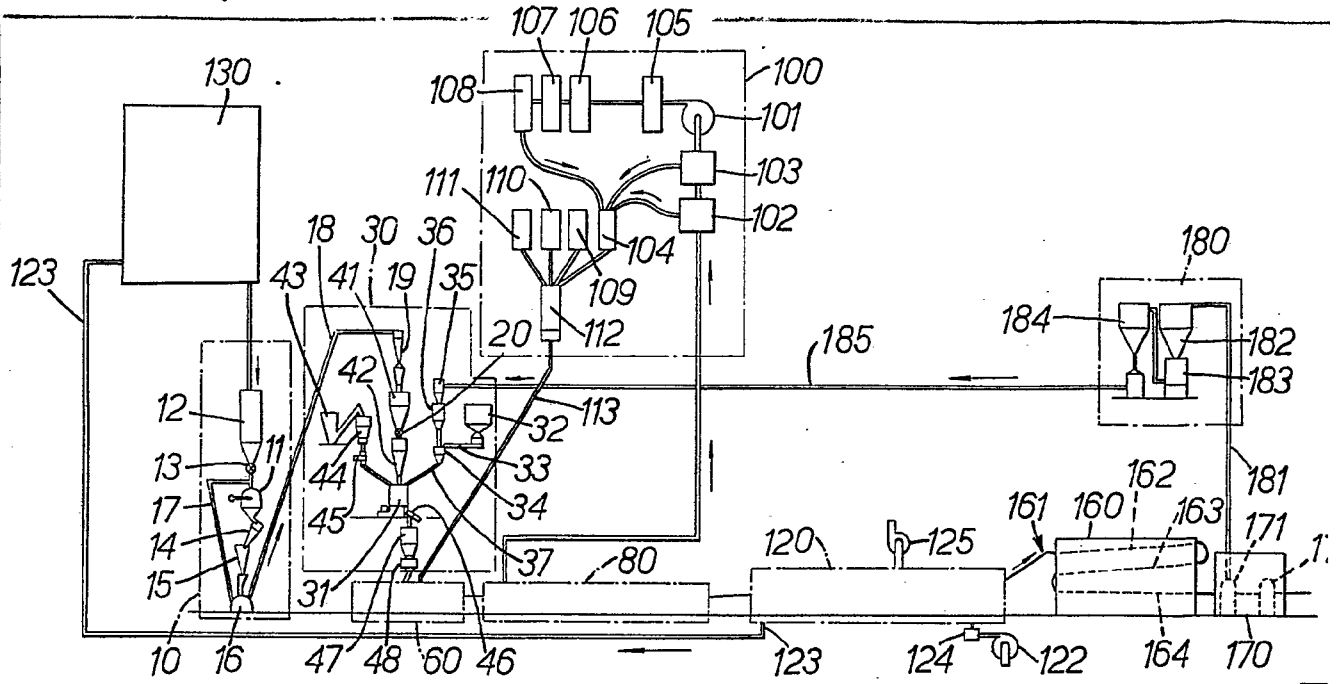
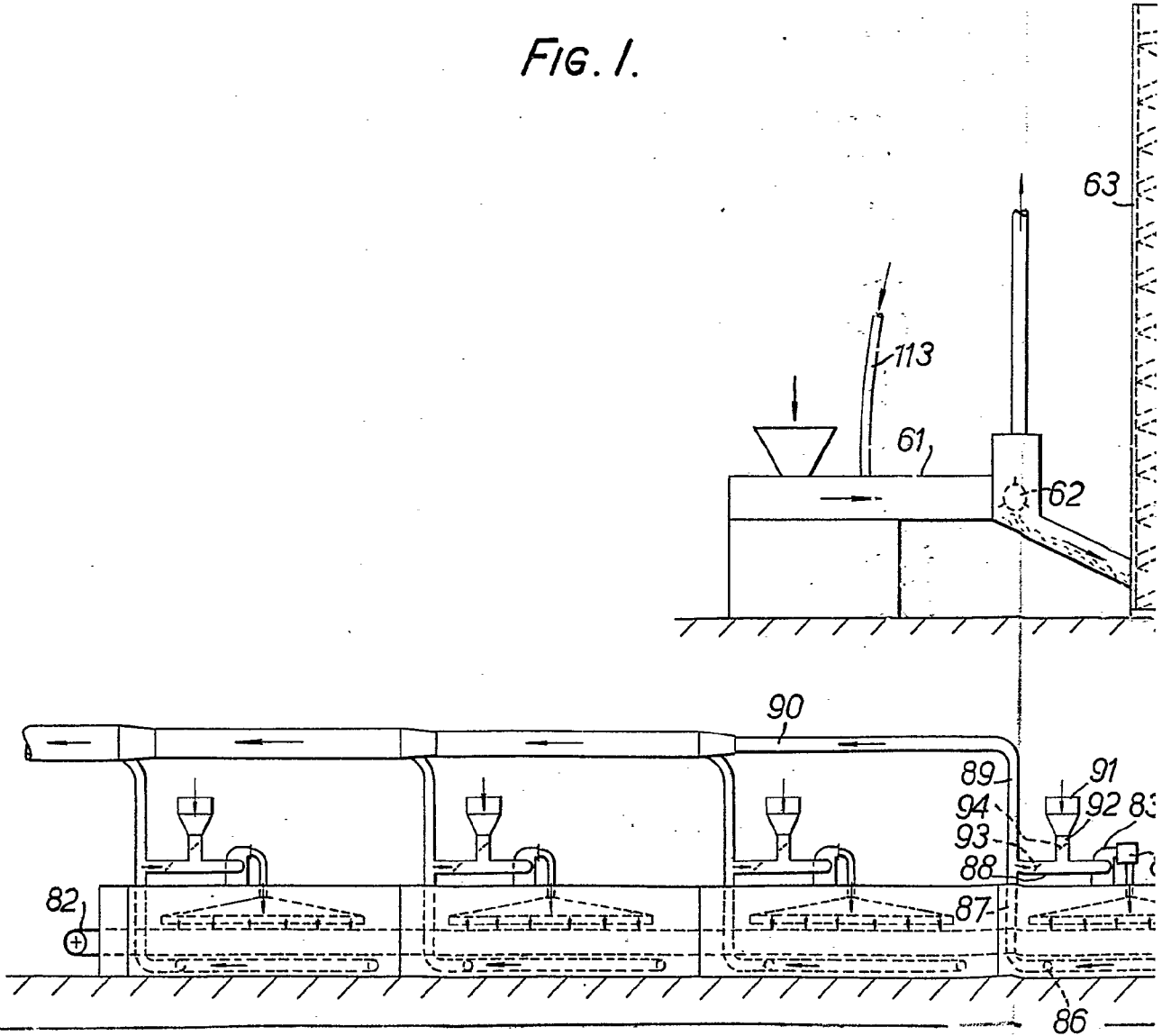


FIG. 1.



314092

ESCALA VARIABLE

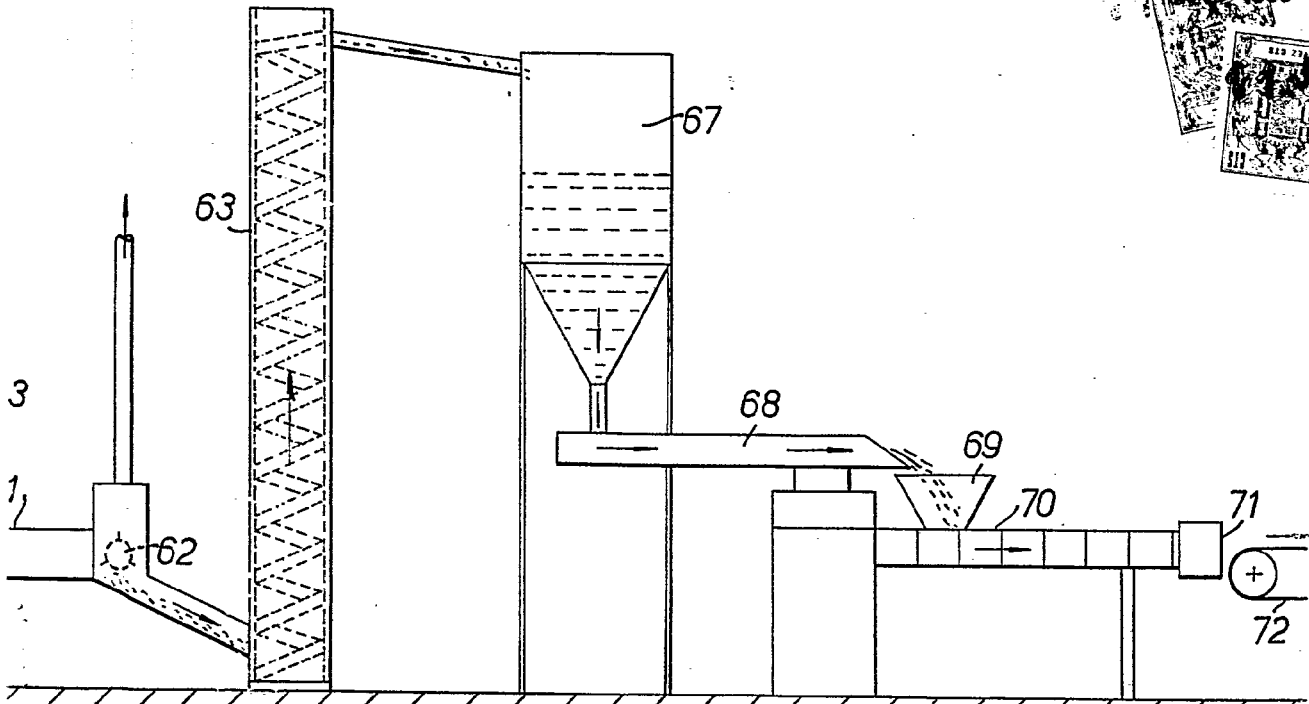
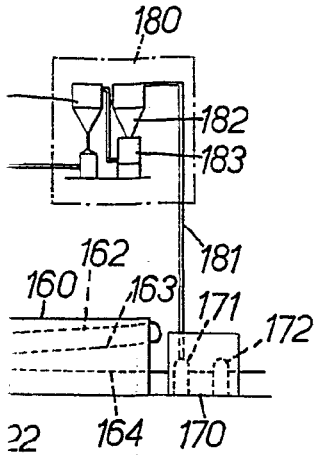


FIG. 2.

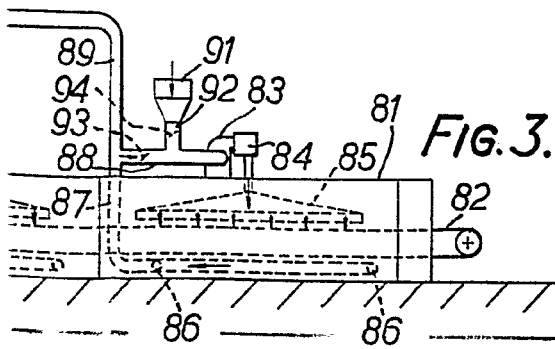


FIG. 3.

11 JUN 1935

~~Model~~

GENE ALBO Y MODET
por el Firmador E. Hernández Ruiz

JUN 1935

JUN 1935

314092

314092

ESCALA VARIABLE

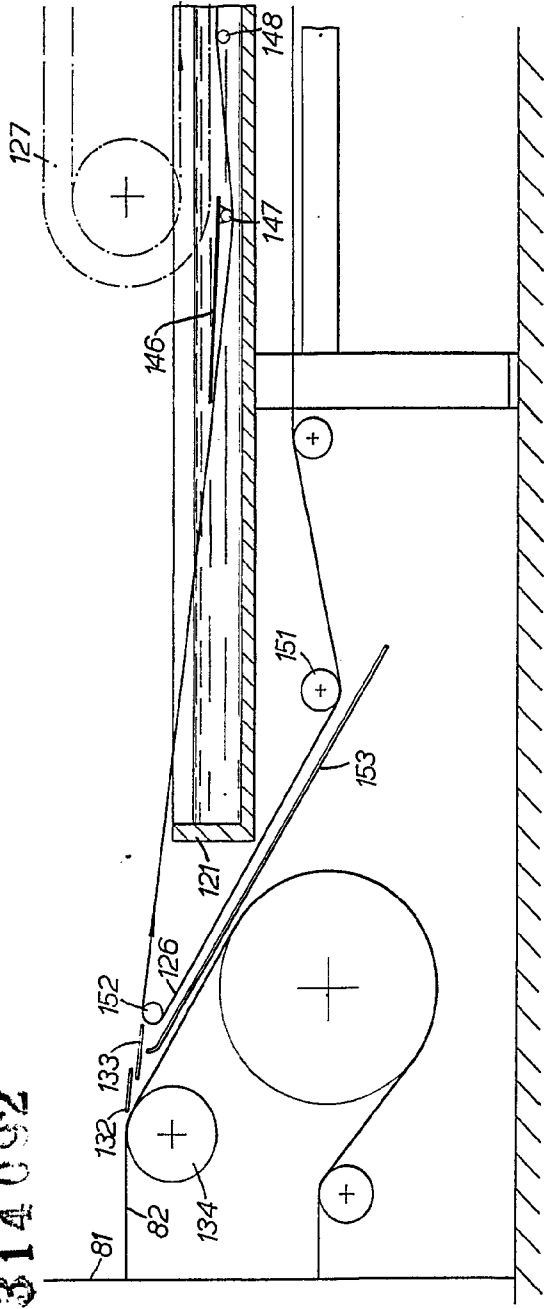


Fig. 4.

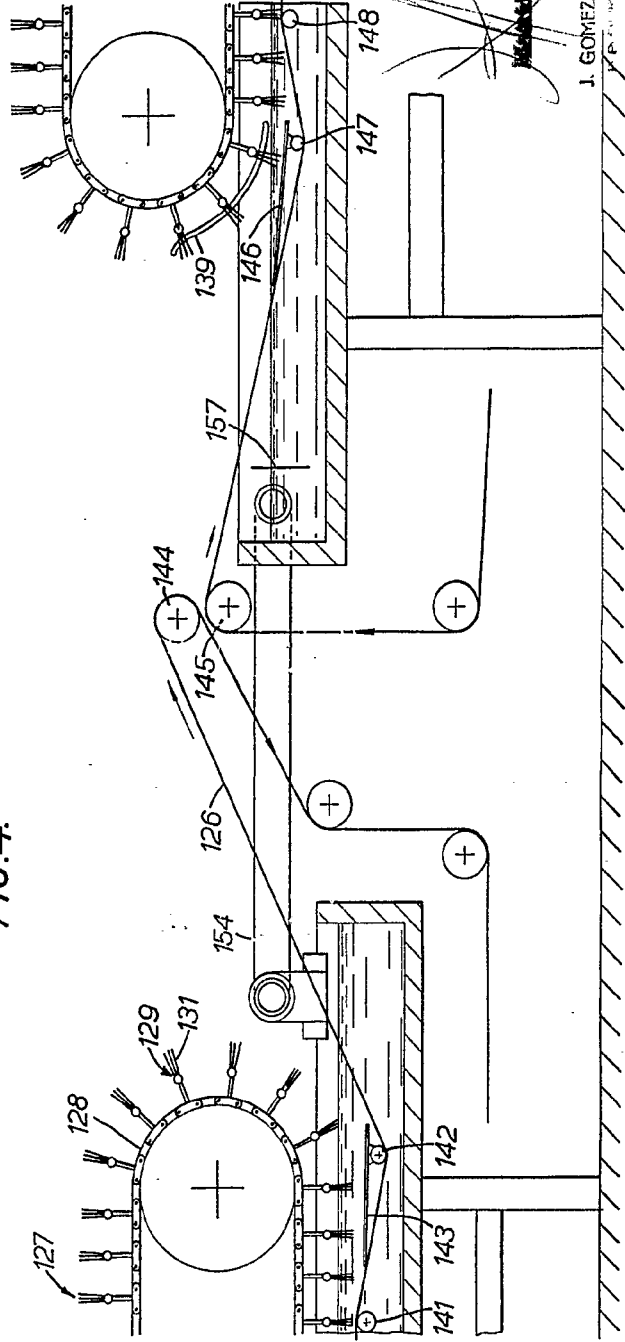


Fig. 5.



14 JUL 1966

J. GOMEZ ALFARO Y MODESTO
Escritorio de Patentes y Trademark

314 092

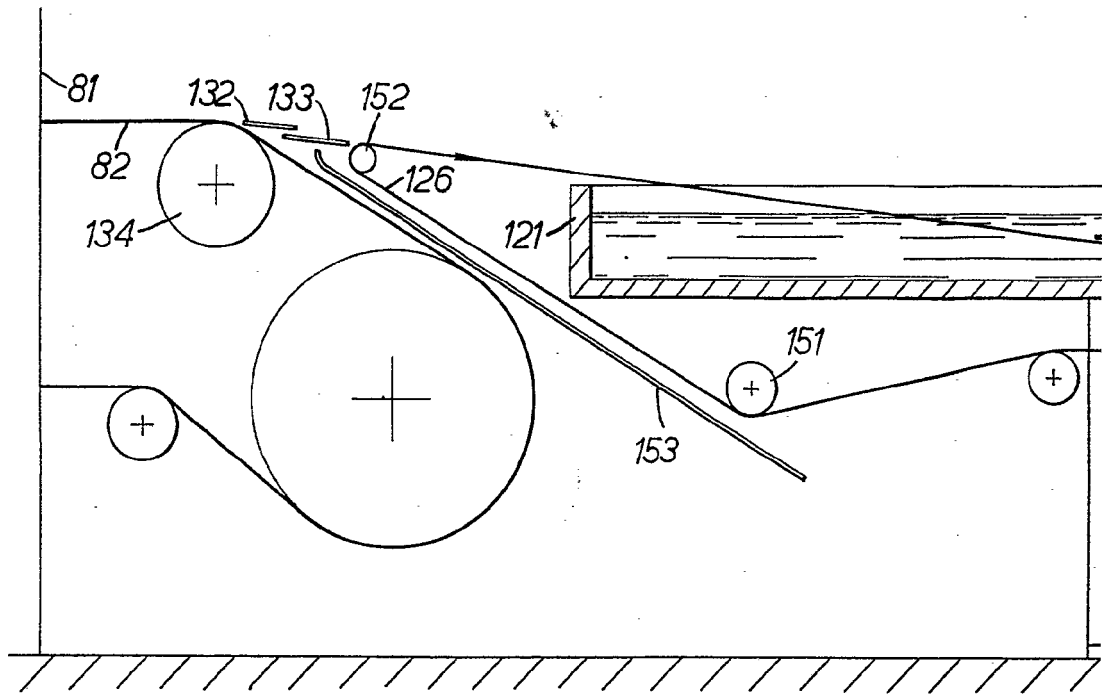
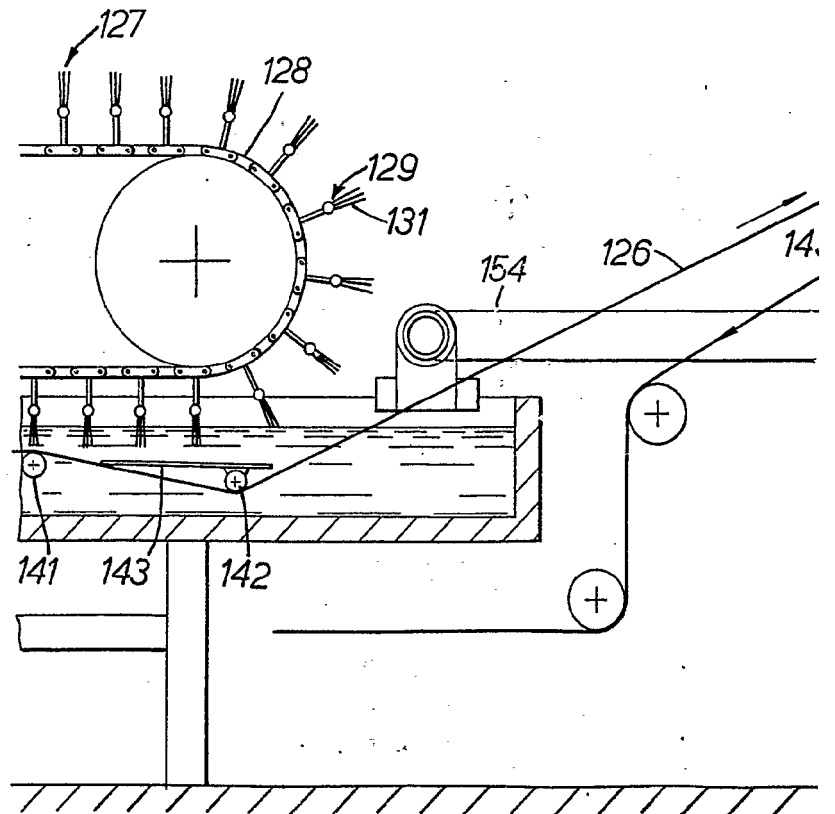


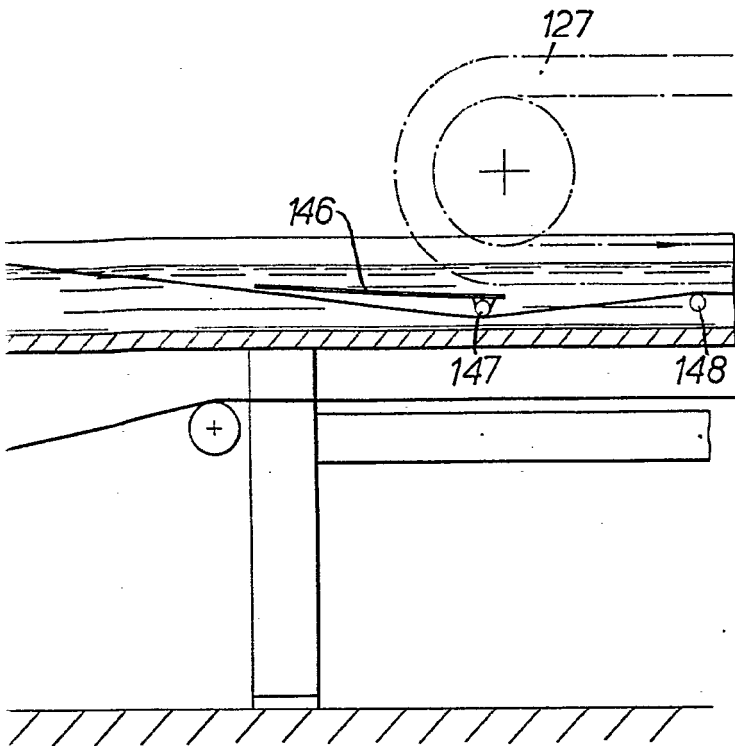
FIG. 4.



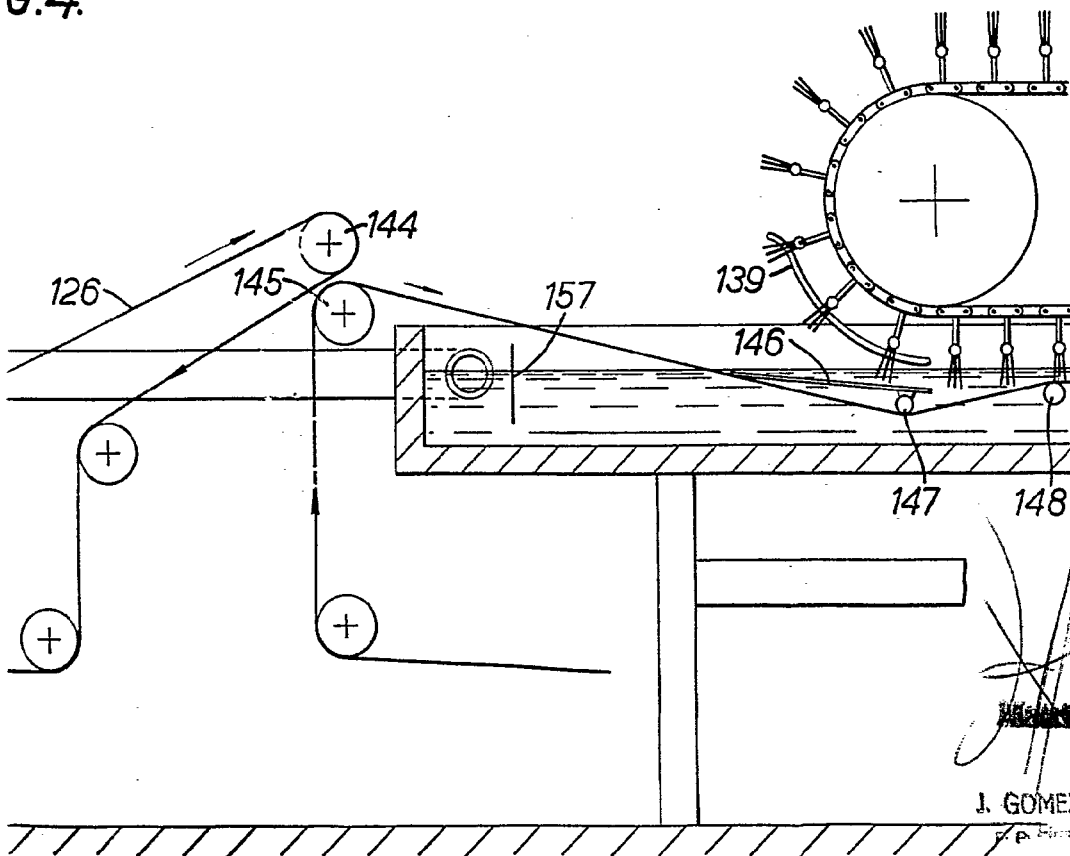
F

314092

ESCALA VARIABLE



G.4.



11 JUL 1935

J. GOMEZ ACEBO Y MODESTO
por Firmados E. Hernández Ruiz

FIG. 5.

314 092

ESCALA
VARIABLE

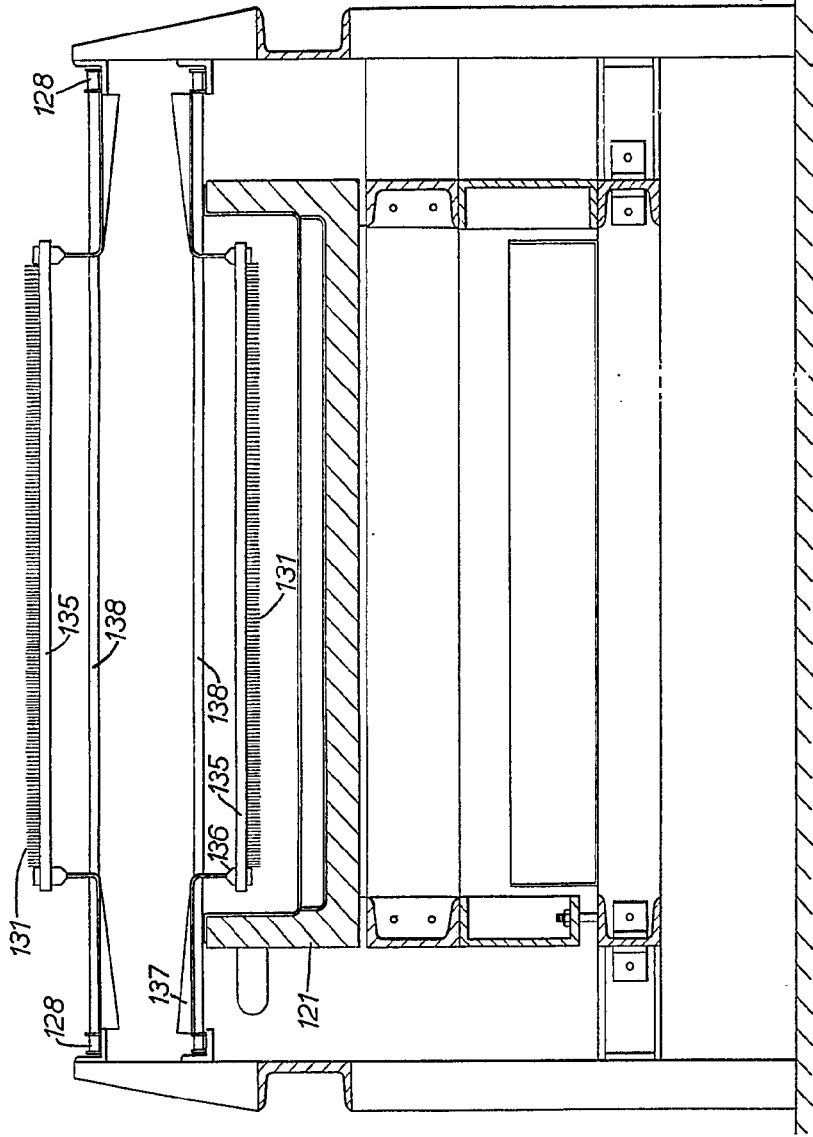
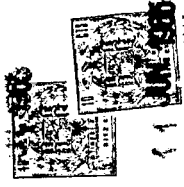


FIG. 7.

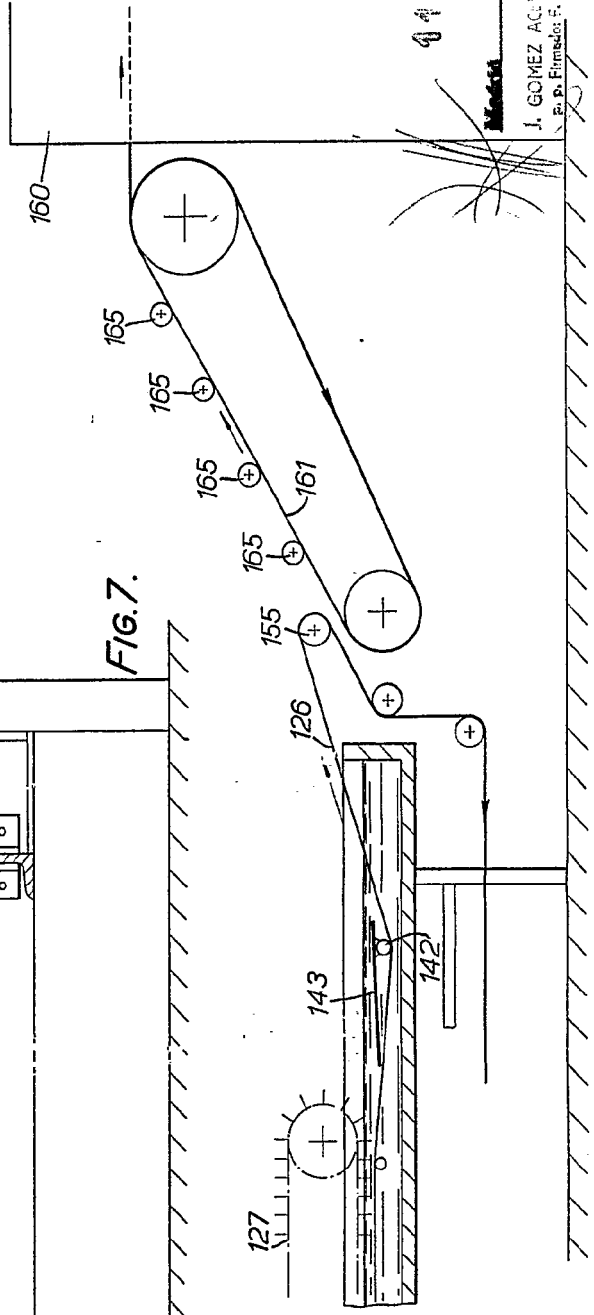
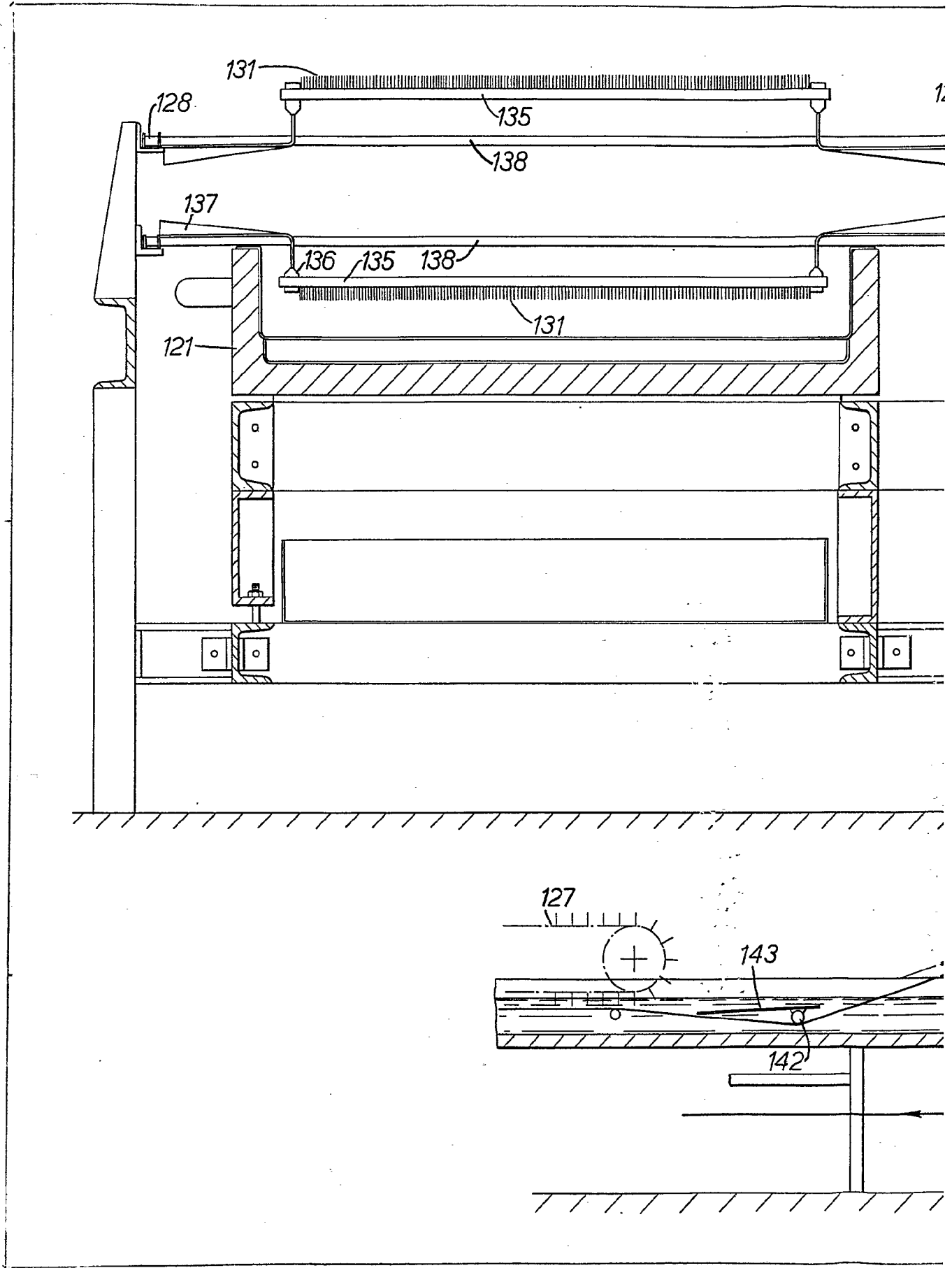


FIG. 6.

14 JUN 1968

J. GOMEZ ACIBO Y MODERNO
E. P. Firmador F. Hernández Puch



314 092

ESCALA
VARIABLE

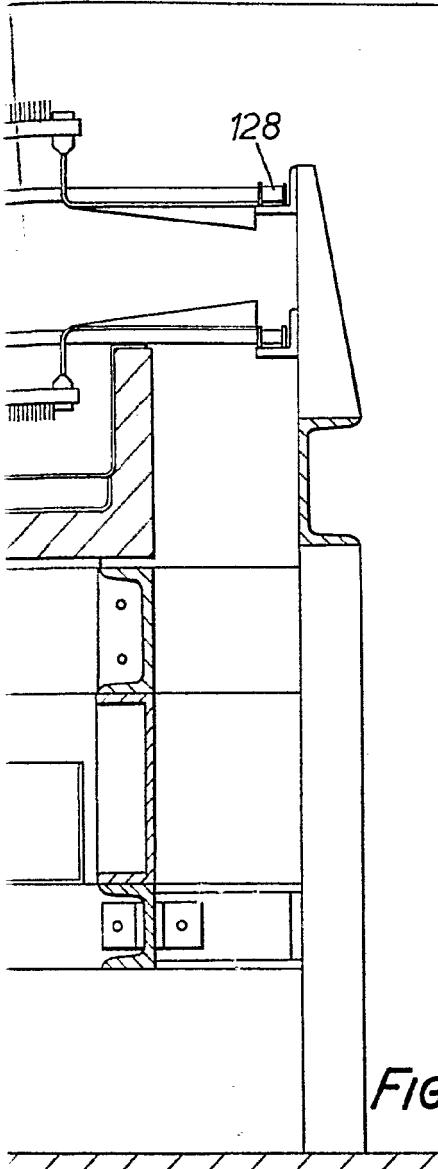
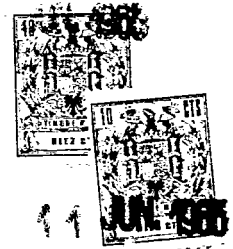


FIG. 7.

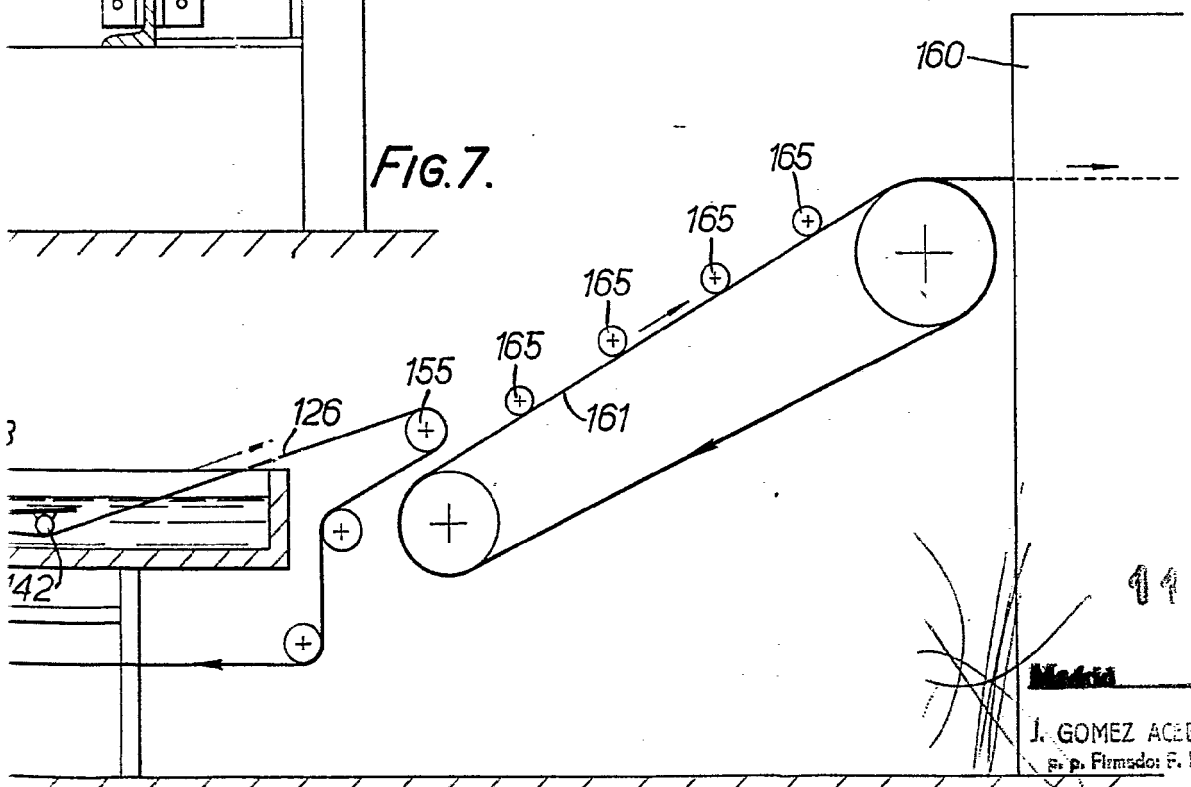


FIG. 6.

11 JUN 1955
Marta
J. GOMEZ ACEBO Y MODER
p. Firmado: E. Hernández Pul.