

P - 36.128

Case 592/596



344568

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de AKTIEBOLAGET TUDOR

entidad / ~~MEXICANA~~ sueca

con domicilio en Birger Jarlsgatan 55, Estocolmo, Suecia

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN MIEMBRO PLASTICO
MICROPOROSO" (Clase Internacional B29d)



Se han efectuado numerosos intentos de producir separadores de plástico, tanto reforzados como sin reforzar; y muchos de estos intentos han tenido éxito hasta el punto de existir en el mercado separadores que se utilizan en la industria. Entre estos separadores los hay constituidos por piezas elementales de fibras celulósicas: por ejemplo, de papel impregnado con resinas insolubles en el ácido sulfúrico; o bien son de tejidos de poli(cloruro de vinilideno) y otras fibras de plástico. También los hay de fibras de vidrio solas o en combinación con otros materiales, tales como la tierra de diatomáceas. Estos separadores tienen muchas desventajas e imperfecciones, entre las que se incluyen la porosidad, que es demasiado poca y da lugar a una elevada resistencia interna de la batería, lo cual es indeseable, y el tamaño de poros que es lo bastante grande para permitir que se produzcan cortocircuitos entre las placas positivas y negativas, o para que haya traspaso de materias, tales como el antimonio, lo cual reduce la capacidad de la batería.

Entre otros separadores existentes los hay que constan de un material plástico sin reforzar. Estos se vienen preparando de preferencia mediante mezcla de material termoplástico en polvo con un material poroso o productor de poros y un disolvente, para hacer que el plástico pueda ser tratado. Después de preparar una masa pastosa, se da forma a ésta por extrusión o calandrado hasta convertirla en una lámina o plancha del espesor adecuado, con evaporación del disolvente. Por ejemplo, véase la patente de EE.UU. 2.707.201. Si el mate--



rial formante de poros es ya poroso, como en el caso de
la tierra de diatomáceas, lo único que hay que hacer con
las planchas es cortarlas al tamaño deseado y usarlas -
como separadores. En este caso, en la estructura de plás-
5 tico se originan tensiones internas que ocasionan enco-
gimientos y reducen la porosidad efectiva del producto.
Si, en cambio, el material formante de poros comprende
un material soluble en agua, tal como una sal inorgáni-
ca o una sustancia orgánica como el almidón o el azúcar,
10 es preciso quitarlo por lixiviación de la plancha extru-
da o calandrada, obteniéndose una lámina porosa que se
seca a continuación. La patente de EE.UU. 3.055.966 des-
cribe uno de estos procedimientos en los que el material
formante de poros de una sal inorgánica y de almidón. -
15 Ahora bien, los separadores cuya porosidad está produci-
da por lavado o lixiviación de formantes de poros, tien-
den a que les quede relativamente poca porosidad, debi-
do a contracción durante el citado tratamiento. Asimis-
mo, estos separadores tienen deficientes característi-
20 cas de humectación, las cuales tienden a retardar el pa-
so del electrolito y de ese modo producir elevada resis-
tencia interna al ir montados en una batería.

Es objeto principal de la presente inven-
ción un miembro microporoso utilizable, por ejemplo, co-
25 mo separador para baterías de acumuladores eléctricos,
de gran porosidad y de unas características de humecta-
ción buenas y permanentes, separador que es lo bastante
rígido y resistente a los choques como para ser introdu-
cido incluso a máquina entre las placas de las baterías.

30 Además, el separador tiene suficiente es-

10 OCT 1967

tabilidad dimensional, resistencia mecánica e insolubilidad como para mantener sus dimensiones y características durante el servicio en una batería de acumuladores eléctricos.

5 Este y otros objetos de la invención, así como la naturaleza, funcionamiento y empleo de la misma, se irán desprendiendo de la descripción que sigue y de las reivindicaciones finales. Todas las cantidades y proporciones de materiales aquí indicadas están expresadas en peso, a menos que se indique explícitamente -
10 otra cosa.

DESCRIPCION GENERAL

15 Conforme al presente invento, las láminas porosas o de plástico microporoso están hechas de una mezcla compuesta de las siguientes clases de ingredientes esenciales: (1) una resina termoplástica como, por ejemplo, poli(cloruro de vinilo) resinoso; (2) un disolvente que sirva para plastificar la resina como, por ejemplo, la ciclohexanona; y (3) un formador de poros
20 tal como un hidrogel de sílice (que, por ejemplo, puede contener fácilmente de 20% a alrededor de 80% de agua que puede eliminarse del mismo por calentamiento, y que entonces se contrae o encoge de tamaño irreversiblemente), o cualquier otro soporte o substrato para materia
25 volátil, que sirva para introducir en la matriz resinosa una cantidad controlada de materia volátil que luego se elimina en condiciones controladas, quedando el sistema de microporos deseado.

30 En lugar del poli(cloruro de vinilo) pueden emplearse otras resinas de vinilo termoplásticas y



elásticas similares o polímeros semejantes de monómeros etilénicamente insaturados como, por ejemplo, los copolímeros de alrededor de 85% a 97% de cloruro de vinilo y, correspondientemente, de 15% a 3% de acetato de vinilo, el poli(cloruro de vinilideno), el polistireno o los copolímeros de estireno, el polietileno, el polipropileno y similares. La resina termoplástica debe ser, naturalmente, un material que, en primer lugar, pueda convertirse al estado de masa pastosa y plastificada con el auxilio de un disolvente, sin o con la aplicación de calor moderado, de modo que resulte fácilmente susceptible de dársele forma por extrusión o calandrado en este estado plastificado, y que más adelante, al quitársele el disolvente con la consiguiente desplastificación, conserve la forma resultante a las temperaturas, cualesquiera que sean, a que se vaya a hacer funcionar finalmente; y que, en segundo lugar, sea químicamente estable en las condiciones del uso a que se destina, es decir, que si se tiene la intención de que sirva como separador de baterías, resiste el ataque del ácido de la batería o de los productos de reacción que puedan producirse en un elemento de acumuladores, y que no se descomponga térmicamente ni se ponga quebradizo a las temperaturas a las que vayan a utilizarse y funcionar las baterías. Para facilitar la mezcla o composición, se utiliza la resina de preferencia en forma de polvo o de granulado muy fino. El polímero de cloruro de vinilo que se encuentra en el mercado bajo la denominación de "QYNA", fabricado por la Union Carbide Corporation, representa una especie adecuada de resina. Si así conviene, puede



incluirse en la composición un agente colorante o de -
carga, tal como negro de humo, en las proporciones usua
les de, por ejemplo, alrededor de $\frac{1}{2}$ a 2 partes por ca-
da parte de resina termoplástica, dependiendo la propor
5 ción adecuada en cierto modo del carácter específico y
de las proporciones de los demás ingredientes de la mez
cla, así como de las características de trabajo desea
das de la masa pastosa, y de las características de fun
cionamiento del producto final.

10 En lugar del hidrogel de sílice, o de la
sílice hidratada, para hacer una lámina de alrededor de
0,6 mm de espesor, el formador de poros puede ser cual
quier otra sustancia sólida, orgánica o inorgánica, rela
tivamente poco soluble y capaz de contener por lo menos
15 30 partes de agua o de otra materia volátil por cada 100
partes de material no volátil, y capaz de contraerse o
encogerse de volumen irreversiblemente cuando dicha ma
teria volátil es expulsada o liberada por calentamiento
a una temperatura apropiada, inferior a la de descompo
20 sición de la resina termoplástica usada en el procedi
miento. De esta manera, la deshidratación o eliminación
de la materia volátil y la contracción del material de
carga en la lámina rígida y desplastificada da origen a
la formación del deseado sistema de microporos dentro
25 de la lámina. Entre los materiales formantes de poros -
más fácilmente obtenibles, dentro de este género, están
el hidróxido de aluminio, el hidróxido ferroso, las tie
rras de diatomáceas o las arcillas adsorbentes hidrata
das, el bórax y el ácido acetilsalicílico.

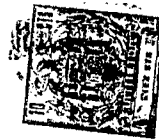
30 Naturalmente, el material ha de ser uno



que no se extraiga o salga fácilmente de la lámina de plástico extruída o calandrada, en el baño desplastificante o de eliminación del disolvente. Además, cuando el producto poroso se destine al uso como separador de baterías, el material formador de poros, así como todos los demás materiales utilizados en su fabricación, ha de estar esencialmente exento de componentes o impurezas tales como hierro, manganeso, arsénico, etc., que tengan un efecto adverso en el funcionamiento de la batería.

De la carga o material formante de poros pueden emplearse de 1 a 25 o más partes en peso, y preferiblemente de 5 a 12 partes, por cada parte de resina termoplástica. Un material especialmente conveniente de utilizar es el hidrogel de sílice que contiene de 70 a 75% de agua. Cuando el contenido volátil eliminable de la carga y, por consiguiente, la capacidad de encogimiento de ésta, sean reducidos, resulta ventajoso a menudo utilizar más de 12 partes de la carga por cada parte de resina.

La selección del disolvente y su proporción óptima depende de la resina que se utilice. Por ejemplo, en el caso de los polímeros de cloruro de vinilo es conveniente usar como disolvente las cetonas, por ejemplo, ciclohexanona, metiletilcetona, tetrahidrofurano o forona (diisopropiliden acetona). Al utilizar el polistireno, el disolvente puede ser un hidrocarburo aromático tal como el benceno o xileno, un hidrocarburo clorado como el metilcloroformo, o un éster como el acetato de etilo. La resina de poliolefina puede disolverse



o solvatarse en disolventes tales como el dicloruro de etileno. No hay nada especialmente crítico en relación con la clase o cantidad de disolvente a utilizar, salvo que al mezclarlo con la resina y el formador de poros, y con cualesquiera otros ingredientes que pueda haber presentes, ha de dar una masa pastosa de consistencia adecuada para el moldeo o extrusión en forma de láminas delgadas, y no ha de atacar al formador de poros. Además, como al final es preciso extraer el disolvente de la lámina formada, reduciendo al mínimo su pérdida por evaporación es conveniente que este disolvente sea relativamente no volátil, es decir, por ejemplo, que tenga de preferencia un punto de ebullición de por lo menos 120°C, y que sea extraíble con relativa facilidad, con agua o algún otro disolvente secundario relativamente barato y relativamente volátil, que no tome en solución o solvatación apreciablemente la resina ni la carga porosa utilizada.

Aun cuando en general no es necesario cuando se utiliza un formador de poros tal como el hidrogel de sílice, que en sí facilita ya la humectación, en algunos casos la extracción del disolvente plastificante respecto de la lámina de plástico puede facilitarse incluyendo en la mezcla formante de la masa pastosa una pequeña proporción (por ejemplo, de 0,001 a 0,1 partes) de un agente de humectación usual por cada parte de resina termoplástica. Es posible utilizar emulsificantes catiónicos o aniónicos, pero los no iónicos, tales como el aceite rojo sulfonado (un ácido oleico sulfatado) son especialmente eficaces para reducir el tiempo de extrac-



ción. Cuando el disolvente primario sea una cetona, su extracción puede facilitarse también añadiendo una proporción minoritaria de un alcohol de C_1 a C_3 , tal como el metanol, etanol o alcohol de isopropilo, al agua utilizada como medio de extracción. Cuando el disolvente -
5 primario sea un hidrocarburo aromático o un éster el etanol es un conveniente medio de extracción.

Es importante que cuando la masa pastosa reciba por extrusión la forma deseada, por ejemplo de lámina, sea transportada al medio de extracción en condiciones tales que una proporción apreciable del disolvente primario o del contenido volátil del formador de poros no salga de la lámina por evaporación antes de su inmersión en el medio de extracción. El medio de extracción en la etapa de extracción se mantiene convenientemente a una temperatura que por lo menos sea casi igual, y de preferencia superior, a la temperatura máxima utilizada en las precedentes etapas de formación y modelado de la masa pastosa. Por ejemplo, si la temperatura de -
10 la mezcla, en la etapa de formación de la masa pastosa, se eleva desde la del ambiente a los 50°C ó 70°C , y a la masa se le da forma, por extrusión o de otro modo, a esta misma temperatura aproximadamente hasta formar la lámina, el líquido de extracción se mantiene convenientemente a una temperatura aproximadamente de 5° a 30°C mayor que la temperatura de conformación o modelado, pero esencialmente inferior al punto de ebullición del líquido de extracción y del contenido volátil del formador de poros: por ejemplo, a 75°C u 80°C . Por ejemplo, cuando el
15 20 25 30 contenido volátil del formador de poros está constituido



por agua, hay que evitar en el baño las temperaturas que se aproximen a 100°C, cuando se trabaja a la presión atmosférica, pues a tan excesivas temperaturas se libera vapor de agua en la lámina de plástico, y este vapor -
5 tiende a desprenderse en forma de burbujas de la misma, dando lugar a la formación de macroporos, esto es, de poros de un diámetro indeseablemente grande, en lugar del sistema de microporos que se busca. Por otra parte, como es natural, el uso de una temperatura adecuadamente elevada en el baño tiene la ventaja de acelerar la extracción del disolvente plastificante. Si esta temperatura
10 se aproxima al punto de ablandamiento de la resina utilizada, puede ser conveniente sostener la lámina de plástico en el baño de extracción, en un soporte apropiado, tal como una banda sin fin de transporte, para evitar
15 toda deformación no deseada.

Si se mantiene el baño de extracción a tan elevada temperatura, se relajan las tensiones internas que puedan previamente haberse desarrollado en la lámina pastosa, y el disolvente primario es sustituido en -
20 ella por el disolvente secundario sin introducirse ninguna nueva tensión, con lo cual se reduce al mínimo la contracción o encogimiento y se obtiene un máximo de porosidad final. Se sobrentiende que, según la cantidad de disolvente, el volumen en seco de la resina termoplástica
25 utilizada para formar la lámina, puede hincharse mucho al ser aquella transformada o convertida en gel por solvatación al mezclarse con el disolvente plastificante, y que en la lámina pueden desarrollarse tensiones internas al ser formada mecánicamente partiendo del gel resul
30



tante, y en particular si a continuación se evapora el disolvente de la masa pastosa conformada. Estas tensiones tienden entonces a originar un encogimiento no deseado de la lámina, y reducir así su porosidad. En la presente invención, el encogimiento se reduce al mínimo, y se produce y mantiene la microporosidad deseada. Esto se logra aquí porque a medida que de la lámina de plástico se extrae el disolvente primario, este es sustituido en gran parte en la lámina por el líquido de extracción. -
5 Por ejemplo, aunque el disolvente orgánico en una forma tipo de ejecución pueda constituir de 20% a 30% en volumen de la masa pastosa, a su retirada por extracción de la lámina de plástico extruída, conforme al presente invento, el volumen total de la lámina se encogerá relativamente poco: por lo general, alrededor de 5% o menos. Así, a semejanza de lo que sucede en el caso de la eliminación de disolvente por evaporación, la eliminación del disolvente primario conforme al presente invento no deja detrás volumen apreciable alguno que esté hueco o
10 vacío para que por contracción entre en el mismo la masa resinosa desplastificada. Por el contrario, produce una matriz resinosa desplastificada dimensionalmente estable, que contiene líquido no productor de solvatación, en proporción importante, y en la cual es posible desarrollar después el sistema de microporos deseado eliminando por secado su contenido de líquido y expulsando el contenido volátil de la sustancia formante de poros, que está en dispersión o cogida por la resina.
15
20
25

En la preparación de la masa pastosa es sumamente conveniente reunir y mezclar íntimamente la resi
30

10 OCT 1967



na pulverulenta seca y las partículas del formador de
poros, en un mezclador de áridos. Así, por ejemplo, es
posible mezclar 1 parte de poli(cloruro de vinilo) con
10 a 12 partes de hidrogel de sílice en partículas, que
5 contienen de 50% a 75% de agua. Después de obtenida una
mezcla pulverulenta homogénea, se añade un disolvente -
de la resina -por ejemplo, ciclohexanona cuando se uti-
lice el poli(cloruro de vinilo)- en proporción suficien-
te para formar una masa pastosa coherente y amasable,
10 con la que pueda modelarse una lámina del espesor desea-
do (por ejemplo, de 0,001 a 1,5 mm, y preferiblemente
de 0,6 a 0,7 mm) por extrusión, calandrado, u otro mé-
todo adecuado. La lámina resultante se introduce luego
directamente en un líquido de extracción capaz de extraer
15 de la lámina formada el disolvente primario, y que sus-
tituye el disolvente primario en la lámina sin disolver
ni hinchar apreciablemente la resina de la lámina. Una
vez extraído esencialmente por completo de la lámina el
disolvente primario, y desplastificada así la lámina y
20 estabilizada en dimensiones, se elimina de la lámina el
líquido de extracción por secado evaporativo. Finalmen-
te, se crea la deseada microporosidad en la lámina, ca-
lentándola a una temperatura a la cual el formador de
poros se contrae en volumen debido a la liberación de
25 su contenido volátil, o a otra descomposición parcial o
total. Por ejemplo, cuando como formador de poros se uti-
liza un hidrogel de sílice, su deshidratación y encogi-
miento deseados dentro de la lámina de plástico, y la -
consiguiente formación de microporos, puede lograrse ha-
30 ciendo pasar la lámina desplastificada, que incluye el

7.10.67

-12-

344568



formador de poros, por una estufa de aire seco manteni-
da a una temperatura aproximadamente comprendida entre
65°C y 150°C. Pueden mantenerse temperaturas de aire -
bastante elevadas si la lámina de plástico que se está
5 secando, o en la que se están creando los microporos,
se hace pasar por la estufa a bastante velocidad, en -
particular cuando la evaporación de apreciables cantida-
des de agua o de otro líquido de la lámina impide que la
temperatura de esta última sobrepase el punto de ebulli-
10 ción del líquido que se está evaporando. No obstante, -
las condiciones de calentamiento han de ser preferible-
mente tales que se evite elevar la temperatura de la lá-
mina en sí esencialmente por encima del punto de ablan-
damiento de la resina que constituye el componente esen-
15 cial de la lámina; es decir, en el caso de una lámina
hecha de una resina tipo de poli(cloruro de vinilo) (PCV),
la temperatura de la lámina ha de mantenerse por conve-
niencia a no más de unos 100°C, y preferiblemente por
bajo de unos 95°C. Una vez creada la deseada estructura
20 microporosa, puede cortarse la lámina al tamaño o con-
figuración conveniente, de preferencia después de enfria-
da a la temperatura ambiente.

EJEMPLO 1

Una parte de resina de poli(cloruro de vi-
25 nilo) en polvo se mezcla en seco con 12 partes de hidro-
gel de sílice en polvo (73% de contenido de agua), has-
ta que la mezcla resulta homogénea, añadiéndose entonces
4 partes de ciclohexanona a la materia sólida en polvo



mezclada. Como comprenderán fácilmente las personas ver-
sadas en la materia, la proporción óptima de disolvente
orgánico utilizada para hacer una masa pastosa de la con-
sistencia apropiada depende en cierto modo de las caracte-
5 rísticas concretas de la resina y el disolvente utili-
zados, así como del agua que pueda haber presente en la
mezcla y que pueda tender a debilitar el poder disolven-
te o el efecto plastificante del disolvente orgánico. -
Así, por ejemplo, en este caso concreto las necesidades
10 de disolvente eran de una parte de ciclohexanona por ca-
da parte de poli(cloruro de vinilo), más 0,25 parte de
ciclohexanona por cada parte del hidrogel de sílice que
contenía 73% de agua. Se necesita menos ciclohexanona si
se utiliza un gel de sílice de menor contenido de agua,
15 pero en este caso se desarrolla finalmente, en la lámina
de plástico, menor contracción de la carga y, por tanto,
menos porosidad.

Para hacer la mezcla de áridos, de prefe-
rencia se criba el polvo de resina para quitar las par-
20 tículas grandes. Este cribado, se hace, por ejemplo, ha-
ciendo pasar el polvo a través de un tamiz de unas 150
micras de abertura directamente al mezclador, después de
lo cual se criba el gel de sílice haciéndolo pasar por
un tamiz del mismo tamaño de aberturas directamente al
25 mezclador, donde se forma una mezcla homogénea de ári-
dos. A continuación se añaden 4 partes de ciclohexanona
y se prolonga la mezcla a la temperatura ambiente duran-
te un periodo aproximado de 3 a 10 minutos, o bien has-
ta que se obtiene la homogeneidad. En ese momento se ele-
30 va gradualmente la temperatura, sin dejar de mezclar o



batir, hasta unos 70°C, y después de alcanzada esta temperatura se prolonga la operación de mezcla durante 5 minutos más, hasta que se obtiene una masa pastosa homogénea.

5 A continuación, la pasta caliente se pasa por extrusión, de manera por lo demás usual, hasta formar una lámina o banda plana de aproximadamente 0,6 a 0,7 mm de espesor y de la anchura deseada, por ejemplo, de 25 cm. Inmediatamente después de su formación, la -
10 banda se introduce en un baño de agua mantenido aproximadamente a 80°C, que sirve de líquido de extracción, - siendo importante que de la banda no se evapore cantidad apreciable alguna de disolvente en el intervalo transcurrido entre su formación y su introducción en el baño -
15 de extracción. Si bien pueden utilizarse para el baño de extracción diferentes temperaturas, se prefiere utilizar las superiores a unos 50°C, para acelerar el proceso de extracción. Por otra parte, es importante mantener la - temperatura del baño de extracción esencialmente por de
20 bajo del punto en el cual se generan o desprenden vapores o gases en el interior de la lámina de plástico, -- bien procedan de la carga o bien de la composición de di- solvente líquido. Por consiguiente, cuando se utilice un formador de poros que contenga agua, tal como un hidro-
25 gel de sílice, y cuando se trabaje a la presión atmosférica, es conveniente mantener el baño de extracción a - una temperatura inferior a 100°C, y de preferencia por debajo de unos 90°C. La repentina liberación de todo vo-
30 lumen apreciable de vapor o gas en la lámina de plástico es inconveniente, porque tiende a producir "revento-



nes" en la lámina y crear en ella grandes canales o macroporos, en lugar de los microporos deseados.

5 El contenido de disolvente orgánico del baño de extracción se mantiene de preferencia lo más bajo posible por métodos ya conocidos: por ejemplo, por destilación periódica del baño de extracción o por retirada y traslado continuos de una parte del baño de extracción a una columna de destilación y retorno del agua al baño, después de separado de ella el disolvente orgánico. Con un espesor de banda de 0,6 a 0,7 mm es posible lograr una extracción esencialmente completa del disolvente orgánico en el agua, en aproximadamente de 35 a 40 minutos y a una temperatura de baño de 80°C. Ahora bien, para abreviar el tiempo de extracción de la ciclohexanona es posible utilizar una proporción minoritaria de etanol en el baño de agua, sirviendo la inclusión de aproximadamente 20% de etanol en el agua para abreviar el tiempo de extracción en alrededor de 25%, comparado con el uso de un baño de agua sola.

20 A medida que se va extrayendo de la lámina de plástico el disolvente orgánico, éste va siendo sustituido en gran parte por agua en aquella, y el plástico se va poniendo así desplastificado y rígido. Por ejemplo, si bien la ciclohexanona constituía en un principio alrededor del 25% en volumen de la lámina extruída, su eliminación esencialmente completa respecto de la lámina, con arreglo al presente invento, da lugar a que la lámina se contraiga en volumen tan sólo un 5% o menos.

30 Una vez que la lámina o banda de plástico



ha quedado prácticamente exenta de disolvente, se fija o endurece dando un producto rígido o dimensionalmente estable, que a continuación es secado y calentado para quitarle el agua u otro disolvente de extracción, y dar lugar finalmente a que se forme en el producto el sistema de poros deseado, por deshidratación o descomposición del formador de poros en él disperso. Por ejemplo, en la forma de realización específica descrita en este ejemplo, la lámina sometida a extracción puede hacerse pasar por una estufa de aire, en la que la temperatura - del aire puede ir descendiendo gradualmente dentro de la estufa desde muy por encima de los 100°C (por ejemplo, 150°C) en el lugar de entrada de las láminas hasta por bajo de 100°C (verbigracia, a unos 90-95°C), en las últimas etapas de secado. En las primeras etapas del - proceso de secado pueden tolerarse temperaturas relativamente altas, porque la evaporación del agua respecto de la lámina impide automáticamente que la temperatura de ésta sobrepase los 100°C. En cambio, en las últimas etapas, cuando de la lámina se ha ido la mayor parte del agua, es ventajoso reducir la temperatura del aire a un nivel inferior al punto de ablandamiento del poli(cloruro de vinilo) o de otra resina que se utilice para hacer la lámina. En estas últimas etapas, el hidrogel de sílice o formador de poros equivalente se deshidrata y encoge de tal modo que su residuo sólido se separa de la matriz resinosa y forma, de ese modo, los poros o fisuras deseados en ella. Un excesivo ablandamiento de la resina en esta etapa es indeseable, porque puede dar lugar a que la resina fluya y, por tanto, cierre o reduzca los

poros que se han formado en ella.



EJEMPLO 2

5 Se mezcla una parte de resina de poli(clo
ruro de vinilo) en polvo con 5 partes de hidrogel de sí
lice que contiene 70% de agua, y con 2,3 partes de ci-
clohexanona, hasta formar una masa pastosa que se hace
10 pasar por extrusión a través de una matriz adecuada for
mando una banda delgada, todo ello esencialmente como
se describe en el ejemplo 1. La banda se pasa por extru
sión directamente a un depósito que contiene agua a la
temperatura ambiente. A la temperatura ambiente, la ci-
clohexanona es soluble en agua aproximadamente en la -
proporción de 8 a 10 partes por cada 100.

15 La banda extruída se traslada luego a otro
baño de agua, en el cual se eleva la temperatura a unos
100°C, o sea justamente por debajo del punto de ebulli-
ción del agua. Como a esta temperatura la solubilidad de
la ciclohexanona en agua es menor que a la temperatura
ambiente, se cambia por más agua en la banda o lámina de
20 plástico, al tiempo que se mantiene esencialmente el vo
lumen o porosidad de la composición de plástico. Las ten
siones internas del material tratado tienden a liberarse
en el baño caliente. A continuación, se seca la banda de
plástico sometida a extracción y, por consiguiente rígi-
25 da, y se forman en ella los microporos mediante calenta-
miento controlado, como en el ejemplo 1. Finalmente, se
corta la banda en láminas del tamaño deseado para su uso
como separadores de baterías.

344568



La invención se señala y delimita especialmente en las reivindicaciones que siguen.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Suecia, el 12 de Septiembre de 1966, bajo el número 11747/66, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

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

1.- Un procedimiento para producir un miembro plástico microporoso, que comprende las etapas de: (a) formar una masa pastosa coherente por mezcla de una resina termoplástica con una cantidad plastificante de un primer disolvente y con partículas finamente divididas de una carga que contenga un constituyente volátil susceptible de ser liberado o quitado de ésta mediante caldeo y que se contraiga o encoja esencial e irreversiblemente al quitársele dicho constituyente volátilizable; (b) convertir en un miembro de determinada forma dicha masa pastosa que contiene disolvente; extraer dicho primer disolvente de dicho miembro, poniéndolo en contacto con un segundo disolvente a una temperatura esencialmente inferior al punto de ebullición de cualquier lí



27

quido que haya presente, siendo dicho segundo disolvente uno capaz de disolver dicho primer disolvente sin disolver dicha resina ni dicha carga, con lo cual se desplastifica dicho miembro; y (d) calentar después dicho miembro a una temperatura elevada pero inferior al punto de ablandamiento de la resina en él contenida, hasta que dicha carga se contraiga en el interior del miembro mediante liberación de su contenido volatilizable.

2.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual la materia sólida es tierra de diatomeas.

3.- Un procedimiento para producir un miembro plástico microporoso, específicamente láminas de plástico microporoso, que comprende las etapas de: mezclar en seco 1 parte de una resina vinílica termoplástica en polvo con 1 a 25 partes de sílice hidratada en polvo, añadiendo luego un disolvente orgánico del material plástico bajo mezcla prolongada hasta obtenerse una masa pastosa coherente y homogénea; convertir mecánicamente la masa pastosa en una lámina de un espesor aproximado de 0,3 a 1,5 mm; introducir la lámina que contiene disolvente, antes de que se produzca evaporación alguna apreciable de disolvente, en un baño de un líquido extractante en el cual el disolvente se extrae de la lámina sin apreciable disolución de la resina vinílica ni del sólido inorgánico; y secar y calentar la lámina resultante de la operación de extracción, a una temperatura inferior al punto de ablandamiento de la resina, hasta que la sílice hidratada en ella dispersa se hace esencialmente deshidratada, formándose así microporos en di-

5
10
15
20
25
30

344568



cha lámina.

4.- El procedimiento de la reivindicación 3, en el que la resina en polvo es polietileno.

5.- El procedimiento de la reivindicación 3, en el que la resina en polvo es polipropileno.

6.- El procedimiento de la reivindicación 3, en el que la resina en polvo es poliestireno.

7.- Un procedimiento para producir un miembro plástico microporoso, específicamente láminas microporosas para separadores de baterías, que comprende las etapas de: mezclar en seco 1 parte de resina de poli(cloruro de vinilo) en polvo con 5 a 12 partes de hidrogel de sílice en polvo, y añadir luego una cetona miscible en agua, disolvente de la resina, bajo prolongada mezcla y hasta obtenerse una masa pastosa y homogénea; calentar la masa pastosa a una temperatura aproximadamente comprendida entre 50°C y 70°C, y convertir mecánicamente la masa pastosa caliente resultante en una lámina de un espesor aproximado de 0,3 a 1,5 mm; introducir inmediatamente la lámina formada en un baño acuoso, para extraer de la lámina la cetona disolvente; sacar dicha lámina del baño una vez extraída de la lámina la cetona disolvente; y calentar dicha lámina sometida a extracción, a una temperatura superior a unos 50°C pero inferior al punto de ebullición del agua, hasta llegar a deshidratarse esencialmente dicho hidrogel de sílice.

8.- El procedimiento de la reivindicación 7, en el cual el baño acuoso se mantiene a una temperatura aproximadamente comprendida entre 50°C y 90°C.

344568



9.- Un procedimiento para producir un miembro plástico microporoso.

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

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

Madrid,

SEP 1968

ALCA...
[Handwritten signature]

344568