



ESPAÑA

10 ES	11 NUMERO 449.241	10 A1
	21 FECHA DE PRESENTACION 25-JUNIO-1976	

PATENTE DE INVENCION

46 PRIORIDADES:
51 NUMERO 591.085
52 FECHA 27-6-1975
53 PAIS ESTADOS UNIDOS

4 OCT. 1977

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL B29D; H01M	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION

" UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN ARTICULO EXTRUIDO ADAPTABLE PARA SER UTILIZADO COMO UN SEPARADOR DE BATERIA FLEXIBLE "

71 SOLICITANTE (S)
AMERACE CORPORATION

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
245 Park Avenue, New York, Estados Unidos,

72 INVENTOR (ES)
Bruce S. Goldberg de nacionalidad estadounidense

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU

CM.-

1

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

5

Esta invención se relaciona de manera general a láminas de plástico flexibles, microporosas, y más particularmente, a láminas de plástico microporosas, flexibles, útiles como separadores entre las placas de baterías de acumuladores eléctricos.

10

Como es bien apreciado en el arte, un separador de batería debe ser poroso para permitir el paso de los iones entre las placas así como la libre difusión del ácido. Adicionalmente, el separador de la batería debe ser resistente al ataque de los ácidos y a la oxidación electroquímica y al mismo tiempo debe ser resistente y durable. Más específicamente, es altamente deseable que el separador sea lo suficientemente flexible como para resistir el agrietamiento durante el ensamble puesto que aún una minúscula grieta, si se deja que se propague durante la vida útil de servicio de la batería, puede dar por resultado una falla prematura de la batería. Adicionalmente, el separador debe ser de naturaleza hidrofílica puesto que dichos separadores de batería no requieren la adición de un agente de humedecimiento.

15

20

Como se describe por ejemplo, en las Patentes de los Estados Unidos otorgadas a Witt (número 2.772.322) y a Selsor y colaboradores (número 3.696.061), es bien conocido en el arte fabricar separadores de batería a partir de composiciones que comprenden una mezcla de resina plástica, un llenador inorgánico, y un solvente, de tal manera, como para producir una lámina microporosa, semirrígida.

25

30

Se han hecho intentos para modificar dichos separadores basados en plástico del arte anterior para aumentar su flexibilidad y de esta manera evitar el agrietamiento du-

1 rante el ensamble y el manejo, añadiendo plastificadores a
las composiciones que se procesan.

5 Sin embargo, se ha encontrado que la simple adición de plastificadores a estas composiciones da por resultado separadores que tienen propiedades físicas significativamente inferiores y particularmente propiedades electroquímicas inferiores cuando se comparan con los separadores que no han sido plastificados. Específicamente, se observó que cuando se añaden plastificadores a dichas composiciones, aumenta
10 la resistencia eléctrica del separador de la batería aún cuando disminuye la resistencia al ácido del separador resultante.

15 Contra los antecedentes anteriores, es un objetivo principal de la presente invención proporcionar una composición procesable hasta hacer un separador de batería flexible, a base de plástico, microporoso.

20 Es otro objeto de la presente invención proporcionar una composición procesable hasta hacer un separador de batería flexible, a base de plástico, microporoso resistente al agrietamiento.

25 Es un objeto adicional de la presente invención proporcionar una composición procesable hasta hacer un separador de batería flexible, a base de plástico, microporoso con buenas propiedades de resistencia eléctrica y que sea resistente al ataque del ácido y a la oxidación por medio de los electroquímicos, y, adicionalmente, un separador que normalmente sea hidrofílico y se humedezca fácilmente sin que se requiera la adición de agentes humectantes.

30 Es aún otro objeto de la presente invención proporcionar una composición procesable hasta hacer un separador

1 de baterías flexible, a base de plásticos, microporoso, en el que el plastificador no se lixivía saliéndose durante el procesamiento ni durante su uso.

5 Es aún otro objeto de la presente invención proporcionar una composición procesable hasta hacer un separador de baterías flexible, a base de plástico, microporoso que esté menos sujeto a las fallas prematuras que los separadores de batería que se emplean hasta la fecha.

RESUMEN DE LA PRESENTE INVENCION

10 Con el objeto de establecer los objetos y ventajas anteriores, un aspecto de la presente invención brevemente comprende una composición procesable hasta formar un artículo flexible, a base de plástico, microporoso tal como, por ejemplo, un separador de baterías, en el que la composición -
15 comprende un aglutinante de resina termoplástica, un plastificador, un material llenador inorgánico, un solvente y un no solvente y en el que el aglutinante de resina termoplástico constituye entre aproximadamente 10 por ciento y aproximadamente 16 por ciento por peso de la composición total; el plastificador constituye entre aproximadamente 4 por ciento y aproximadamente 10 por ciento por peso de la composición total;
20 el llenador inorgánico constituye entre aproximadamente 19 por ciento y aproximadamente 23 por ciento por peso de la composición total; el solvente constituye entre aproximadamente 26 por ciento y aproximadamente 32 por ciento por peso de la composición total y el no solvente constituye entre aproximadamente 28 por ciento y aproximadamente 34 por ciento por peso de la composición total.

25 Otro aspecto de la presente invención se relaciona
30 al método para procesar la composición anterior a fin de produ

1 cir un separador de batería, cuyo método brevemente compren-
de las etapas de:

5 a) combinar, a la temperatura ambiente en un mez-
clador de bajo corte, el aglutinante de resina termoplástica
y el plastificador en las cantidades mencionadas anteriormen-
te;

b) añadir a la mencionada mezcla el material lle-
nador inorgánico el solvente y el no solvente, así mismo en
las cantidades mencionadas anteriormente;

10 c) mezclar los mencionados ingredientes hasta que
todas sus partes constituyentes lleguen a quedar uniformemen-
te dispersadas;

15 d) extruir y calandrear la mencionada composición
para formar un artículo en forma de lámina flexible, micropo-
roso;

e) hacer pasar el mencionado artículo a través
de un baño de extracción, y

f) secar el mencionado artículo.

DESCRIPCION DE LAS MODALIDADES PREFERIDAS

20 La composición que se describe en la presente y
que puede ser procesada hasta formar un separador de batería
flexible, a base de plástico, microporoso, está compuesto de
los siguientes ingredientes esenciales:

25 a) un aglutinante de resina termoplástica;

b) un solvente que sirve para solubilizar el aglu-
tinante de resina termoplástica;

c) un llenador inorgánico tal como sílice;

d) un no solvente tal como el agua, y

e) un plastificador.

30 El aglutinante de resina termoplástico empleado -

1 de preferencia debe ser un aglutinante de resina de cloruro
de vinilo del tipo de "EP" o "procesamiento fácil" que sea po-
roso y altamente absorbente. Este aglutinante de resina ter-
moplástico puede ser una resina de homopolímero de cloruro
5 de vinilo gamma no plastificado o un copolímero de cloruro de
vinilo mezclado con una pequeña cantidad (menos de aproxima-
damente 15 por ciento) de un monómero monoetilénico tal como
por ejemplo, acetato de vinilo, cloruro de vinilideno, propi-
leno o etileno. Un aglutinante de resina termoplástico parti-
10 cularmente preferido es el homopolímero de cloruro de vinilo
gamma vendido por Continental Oil Company bajo la marca de
Conco 5385 aún cuando se han obtenido buenos resultados con
los homopolímeros de cloruro de vinilo gamma vendidos por B.
F. Goodrich Company bajo la marca de Geon 103EP y por Solvay
15 and Cie. S.A. de Bélgica bajo la marca de Solvic 229. Adicio-
nalmente, pueden utilizarse otros aglutinantes de resina ter-
moplástica los que, cuando se mezclan con un solvente, se con-
vierten a una masa pastosa, semiplastificada para procesamien-
to fácil y los que, al eliminar el solvente, quedan desplasti-
20 ficados. Adicionalmente, el aglutinante de resina termoplásti-
ca seleccionada debe ser químicamente y físicamente estable
bajo las condiciones bajo las cuales va a ser utilizado.

El aglutinante de resina termoplástica debe com-
prender entre aproximadamente 10 por ciento y aproximadamente
25 16 por ciento por peso de la composición total prefiriéndose
una gama comprendida entre aproximadamente 11 por ciento y -
aproximadamente 15 por ciento. Se obtuvieron resultados parti-
cularmente buenos cuando la cantidad de la resina termoplásti-
ca constituía entre aproximadamente 11 por ciento y 12 por -
30 ciento por peso de la composición total y, como tal, esta es la

1 gama que más se prefiere.

5 El material llenador inorgánico debe ser un sólido inorgánico capaz de retener cuando menos 30 partes de agua u otra materia volátil por 100 partes de materia no volátil y debe ser capaz de liberar la materia volátil al calentarse hasta una temperatura por debajo del punto de descomposición de la resina termoplástica. Aún cuando puede emplearse cualquier material llenador capaz de llenar estos requisitos se prefiere el hidrogel de sílice o la sílice hidratada precipitada. Se prefiere particularmente la sílice hidratada precipitada y puede ser obtenida, por ejemplo, de PPG Corporation bajo la marca de Hi Sil 233 o de Chemische Fabrik Hoechst de Alemania bajo la marca de KS-300.

10

15 El material llenador inorgánico debe constituir entre aproximadamente 19 por ciento y aproximadamente 23 por ciento por peso de la composición total y se prefiere una gama comprendida entre aproximadamente 20 por ciento y aproximadamente 23 por ciento por peso de la composición total. Cuando la gama del material llenador inorgánico está comprendida entre aproximadamente 22 por ciento y aproximadamente 23 por ciento, se produce un artículo con propiedades físicas y electroquímicas particularmente buenas, y por lo tanto, esta es la gama que más se prefiere.

20

25 El solvente empleado, de preferencia un solvente orgánico, debe tener una acción de solvación sobre el aglutinante resinoso termoplástico y debe ser capaz de ser absorbido por el material llenador. Aún cuando pueden emplearse solventes inorgánicos tales como por ejemplo acetona, éter, dimetilformamida, ortoclorobenceno, tetrahidrofurano y ciertas cetonas, se prefiere la ciclohexanona puesto que solubiliza el

30

1 cloruro de polivinilo y sólo es ligeramente soluble en agua.

5 El disolvente utilizado, de preferencia la ciclohexanona, se emplea en gamas comprendidas entre aproximadamente 26 por ciento y aproximadamente 32 por ciento por peso de la composición total y se prefiere una gama comprendida entre aproximadamente 26 por ciento y aproximadamente 30 por ciento. Se obtuvieron resultados particularmente buenos cuando la cantidad del solvente constituye entre aproximadamente 27 por ciento y aproximadamente 28 por ciento por peso de la composición total.

10 El no solvente, de preferencia el agua, generalmente constituye entre aproximadamente 28 por ciento y aproximadamente 34 por ciento de la composición total, y se prefiere una gama comprendida entre aproximadamente 29 por ciento y aproximadamente 33 por ciento. Se ha encontrado que el no solvente en una cantidad dentro de la gama comprendida entre - aproximadamente 31 por ciento y aproximadamente 33 por ciento de la composición total produce propiedades físicas particularmente buenas, y por lo tanto se prefiere especialmente.

20 El plastificador seleccionado debe ser compatible con el sistema y, por lo tanto, cuando se mezcla con las composiciones mencionadas anteriormente, ser capaz de mejorar las propiedades de alargamiento del artículo resultante mientras que al mismo tiempo no afecta adversamente propiedades tales como las propiedades físicas a la resistencia eléctrica y la resistencia al ataque por el ácido o la resistencia a la oxidación por los productos electroquímicos. A este respecto, - puede ser aceptable cualquier plastificador monomérico o poli-
25 mérico que logre estos objetivos. Estos deben incluir tanto
30 plastificadores monoméricos tales como por ejemplo, sebacato

1 de dioctilo como plastificadores poliméricos tales como, por
ejemplo, polietileno clorado elastomérico. Se prefiere el uso
de un plastificador monomérico, y particularmente el ftalato
de dioctilo y el adipato de dioctilo. Se ha encontrado que -
5 los artículos fabricados a partir de composiciones que con-
tienen cualquiera de estos dos plastificadores monoméricos
tiene excelentes propiedades físicas y electroquímicas.

El plastificador debe constituir entre aproxima-
damente 4 por ciento y aproximadamente 10 por ciento por peso
10 de la composición total y se prefiere una gama comprendida en-
tre aproximadamente 4 por ciento y aproximadamente 8 por cien-
to. Se observan propiedades físicas particularmente buenas en
el artículo resultante cuando se emplea el ftalato de dioc-
tilo en cantidades comprendidas entre aproximadamente 6 por
15 ciento y aproximadamente 7 por ciento por peso de la composi-
ción total, y como tal, cuando el plastificador es el ftalato
de dioctilo, esta gama es la que más se prefiere. Sin embargo,
cuando el plastificador es el adipato de dioctilo, la gama -
que más se prefiere está comprendida entre aproximadamente
20 4,5 por ciento y aproximadamente 5,5 por ciento.

Además de los ingredientes anteriores, será apa-
rente a las personas hábiles en el arte que pueden emplearse
una variedad de otros ingredientes que no afecten la natura-
leza esencial del producto resultante. En realidad, pueden
25 proporcionarse muchos de estos ingredientes con el fin de me-
jorar otras propiedades de los mismos o para el fin de mejo-
rar la aceptación industrial. Los ingredientes típicos inclu-
yen, aún cuando no quedan limitados, a ingredientes modifica-
dores o estabilizadores tales como por ejemplo, negro de car-
30 bón y estereato de plomo.

1 Una característica importante de la presente in-
vención es la manera por medio de la cual se combinan los in-
gredientes para formar la composición capaz de fabricar un
5 artículo tal como por ejemplo, un separador de batería micro-
poroso flexible, basado en plástico.

 Al combinar los ingredientes antes mencionados en
las cantidades y las gamas especificadas, se ha encontrado
que son aplicables los procedimientos mencionados en la Pa-
tente de los Estados antes citada número 3.696.061 otorgada
10 a Selsor y colaborador, con ciertas modificaciones. La pa-
tente de los Estados Unidos número 3.696.060, cedida al mis-
mo cesionario de la presente invención, se incorpora a la -
presente como referencia y se hace parte de esta descripción.

 Se prepara primeramente un lote maestro del aglu-
15 tinante de resina termoplástica y el plastificador mezclan-
do en seco a la temperatura ambiente las partes constituyen-
tes en una mezcladora de sólidos de bajo corte, tal como por
ejemplo, una mezcladora de "líquidos y sólidos" Patterson-
Kelley de alta intensidad, durante un período de aproximada-
20 mente 20 minutos. Esto contrasta con los procedimientos que
se han empleado hasta el presente en los que se utiliza una
mezcladora de alto corte tal como por ejemplo, una mezclado-
ra Henschel. Adicionalmente, los procedimientos empleados -
hasta hoy, el aglutinante de resina termoplástica se mezcla
25 con el plastificador en la presencia de calor para efectuar
una mejor absorción del plastificador dentro del aglutinante
de resina termoplástica. La mezcladora Patterson-Kelley de
alta intensidad, de "líquidos sólidos" tiene una sección -
transversal en forma de V la que se prefiere, aún cuando se
30 reconoce que pueden emplearse para esta finalidad otros dis-

1 positivos de mezclado. Se coloca una alícuota de este lote
maestro que está en la forma de un polvo húmedo en la mezcla
dora limpia, y se añade al llenador inorgánico en la canti-
dad prescrita. La mezcla total, que en ese momento se aseme-
5 ja a un polvo seco, se mezcla después hasta que todos los -
ingredientes están dispersos uniformemente.

Se prefiere que se añada entonces la cantidad -
prescrita del solvente orgánico. El régimen al cual se aña-
de el solvente orgánico, sin embargo, tiene cierta importan-
10 cia puesto que no debe excederse al régimen de absorberencia
del llenador inorgánico para el solvente con el fin de que
no se insolubilice parte de la resina termoplástica.

Se añade después la cantidad prescrita del no sol-
vente (por ejemplo agua) a un régimen menor que el régimen
15 de absorción máximo del solvente cargado con sílice. La com-
posición resultante está entonces en la forma de un polvo -
estable, húmedo, de flujo libre.

A fin de procesar esta composición hasta hacer un
artículo útil tal como por ejemplo un separador de batería
20 flexible, a base de plástico, microporoso, la composición se
introduce en un extrusor, de preferencia de construcción de
tornillo vertical, en la que el polvo de flujo libre se con-
vierte en una mezcla similar a una masa, se conforma por me-
dio del dado formador de láminas y se trata con una calan-
25 dria hasta formar una lámina continua.

Las temperaturas de extrusión están comprendidas
entre aproximadamente 27°C y aproximadamente 71°C. y se pre-
fiere una gama más reducida comprendida entre aproximadamen-
te 46°C y 54°C. La temperatura del dado puede estar compren-
30 dida entre aproximadamente 27°C y aproximadamente 71°C. La

1 contrapresión del extrusor puede estar comprendida entre aproxima-
ximadamente 14,061 y aproximadamente 35,153 kilogramos por -
centímetro cuadrado, y se prefiere una gama de presión com-
5 prendida entre aproximadamente 14,061 kilogramos por centí-
metro cuadrado y aproximadamente 21,092 kilogramos por centí-
metro cuadrado. Como es natural, pueden utilizarse otros ex-
trusores.

10 La masa en forma pastosa formada dentro del extru-
sor se hace pasar después a través de una criba de aproxima-
damente 40 mallas y de un dado de un tubo para formar lámina
antes de entrar a una calandria de engranajes para bajar su
velocidad la que se mantiene a una temperatura comprendida
entre aproximadamente 4,4°C y aproximadamente 15,5°C., y de
preferencia entre aproximadamente 4,4°C y aproximadamente
15 7,2°C. El dado se sujeta a la calandria para evitar la eva-
poración. La calandria empleada es una calandria con una lon-
gitud de 84 centímetros que de preferencia contiene rodillos
con un patrón de separadores.

20 La composición, ahora en forma de láminas sopor-
tada después sobre una pantalla de transporte y se hace pa-
sar a través de un baño de extracción de agua, en el que la
temperatura del agua se mantiene a entre aproximadamente 49°C
y aproximadamente 93°C., aún cuando se prefiere una gama más
angosta comprendida entre aproximadamente 71°C y aproxima-
25 damente 82°C. La lámina permanece en el baño hasta que el di-
solvente es eliminado y luego se seca por medios convenciona-
les. La temperatura de secado no debe exceder de aproxima-
damente 135°C y se prefiere una temperatura de aproximadamente
30 107°C.

Se apreciará que el artículo resultante, después

1 de que se han eliminado los constituyentes del solvente y -
del no solvente durante el procedimiento, comprende un aglu-
tinante de resina termoplástica apropiadamente plastificada
5 que forma una matriz, dentro de la cual y a través de la cual
están dispersas las partículas del material de llenador inor-
gánico. Hay presente en el artículo una red de microhuecos
o microporos, los que se forman entre la vecindad de las par-
tículas adyacentes del material llenador dispersado, entre
partículas individuales del material llenador y la matriz,
10 así como dentro de la propia matriz. Estos microhuecos o mi-
croporos tienen un tamaño que no es uniforme, típicamente -
comprendido entre aproximadamente 0,01 micras y aproximada-
mente 100 micras, y tienen un diámetro de poro promedio tí-
picamente de aproximadamente 1 micra como queda determinado
15 porosimétricamente por el bien conocido método de intrusión
de mercurio. La porosidad del artículo resultante, cuando se
mide con alcohol, está comprendida entre aproximadamente 50
por ciento y aproximadamente 75 por ciento.

20 El artículo resultante tiene propiedades físicas
que lo hacen idealmente apropiado para ser utilizado como se-
parador de baterías. En particular, el artículo resultante
no es sólo altamente poroso, y contiene una porosidad total
de cuando menos aproximadamente 50 por ciento cuando se mide
con alcohol, sino que es así mismo fuerte y flexible, como
25 queda evidenciado por su resistencia a la tensión que gene-
ralmente es mayor de aproximadamente 14.061 kilogramos por
centímetro cuadrado y su alargamiento que generalmente es ma-
yor de aproximadamente 40 por ciento. Adicionalmente, su re-
sistencia eléctrica, una característica de significativa
30 importancia con respecto a los separadores de batería, por

1 lo general no es mayor de aproximadamente 0,070 ohm/6,451
cm² y normalmente es inferior a aproximadamente 0,040 ohms/
6,451 centímetros cuadrados. Cuando el espesor del artículo
5 0,635 milímetros, la resistencia eléctrica se disminuye adi-
cionalmente hasta aproximadamente 0,020 ohm/6,451 centímetros
cuadrados.

Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar cier-
tas modalidades preferidas de la composición y el procedi-
10 miento de la presente y no deben ser considerados como limi-
tativos de la presente invención.

EJEMPLO 1

A fin de ilustrar la preparación de una composi-
ción procesable hasta formar un artículo usable, tal como -
15 por ejemplo un separador de batería flexible, microporoso a
base de plástico de acuerdo con los principios de esta inven-
ción, se preparó una composición que incluía un plastifica-
dor como una de sus partes constituyentes en una relación de
60 partes de plastificador por cada 100 partes del aglutinan-
20 te de resina termoplástica. Esta composición comprendía los
siguientes ingredientes y las cantidades respectivas se espe-
cifican como porcentaje por peso del peso total de la compo-
sición.

	<u>Ingredientes</u>	<u>Porcentaje por peso</u>
25	Homopolímero de cloruro de vi- nilo gamma, conoco 5385	11,17%
	ftalato de dioctilo	6,67%
	Llenador de sílice hidratada preci- pitada Hi Sil 233	22,20%
30	Ciclohexanona	27,76%

1	<u>Ingredientes</u>	<u>Porcentaje por peso</u>
	Agua	32,20%
	Negro de Carbón	0,001%

5 La composición se preparó mezclando primeramente en seco en una mezcladora Patterson-Kelley de alta intensidad de "líquidos y sólidos" el Conoco 5385 con el ftalato de dioctilo para formar un lote maestro y luego añadir el Hi Sil 233 seguido por la ciclohexanona, el agua y el negro de carbón. La composición resultante se introdujo después en un extrusor vertical Aragón con tornillo de acero inoxidable que 10 tenía una relación de compresión de aproximadamente 1,4/1. La composición se extruyó a una temperatura aproximada de 49°C y a una presión de aproximadamente 17,577 kilogramos por centímetro cuadrado. Se empleó una calandria de 81 centímetro con 15 un rodillo superior de calandria con patrón de separadores para producir una lámina con patrones de separadores con un espesor aproximado de 0,254 centímetros. La lámina resultante se hizo pasar después a través de un tanque de extracción de agua en el que la temperatura del agua se mantenía aproximadamente a 71°C y luego se secó en un secador de aire a una 20 temperatura de aire de aproximadamente 107°C.

El artículo fabricado resultante, en este caso, un separador de batería flexible, microporoso, tenía las siguientes propiedades físicas:

25	Resistencia a la tensión	14,764 kg/cm ²
	Alargamiento	65%
	Resistencia Mullen	4,499 kg/cm ²
	Resistencia eléctrica	0,054 Ω/6,451 cm ²
30	Porosidad total (Técnica de Intrusión de Mercurio)	1,04 cc/g

1	Diámetro de poro promedio	0,085 micras
	% de poro > 20 micras	2,5%

5 De la prueba llevada a cabo, los datos de la resistencia a la tensión, el alargamiento, y la resistencia Mullen indicaron que el artículo resultante tenía una resistencia suficiente y era flexible en grado suficiente como para resistir cualquier dano que se le inflinjera durante el ensamble y en uso eventual.

10 Los datos de resistencia eléctrica y de porosidad indicaron un producto con un tamaño de poro fino que tiene excelentes propiedades electroquímicas. Para ser utilizado como separador de batería, la resistencia eléctrica debe ser tan baja como sea posible, de preferencia menos de aproximadamente 0,07 ohms/6,451 cm². La resistencia eléctrica del producto resultante de 0,054 ohms/6,451 centímetros cuadrado, por lo tanto, es más que adecuada. Adicionalmente, los datos con respecto al tamaño de poro y a la porosidad total indicaron que aún cuando el tamaño de poro y la distribución del poro fue en la gama de microporos, el artículo resultante era altamente poroso. Se prefiere un diámetro de poro promedio de una micra o menos. Adicionalmente, este dato indicó que virtualmente no salió lixiviado el plastificador durante el procedimiento. El producto resultante era hidrofílico y

15

20

25

mostró buena resistencia al ácido.

EJEMPLO II

A fin de demostrar los efectos de practicar la presente invención con una baja relación entre el plastificador y la resina termoplástica, se repitió el mismo procedimiento que se establece en el Ejemplo I con los siguientes ingredientes en los siguientes porcentajes, en los que la relación en

30

1 tre el plastificador y la resina de termoplástico era de 50 partes de plastificador por cada 100 partes de resina:

	<u>Ingredientes</u>	<u>Porcentaje por peso</u>
	Homopolímero de cloruro de	
5	vinilo gamma, Conoco 5385	10,98%
	ftalato de dioctilo	5,49%
	Llenador de sílice hidratada	
	precipitada, Hi Sil 233	21,97%
	Ciclohexanona	28,61%
10	Agua	32,95%
	Negro de Carbón	0,001%

15 La composición resultante se fabricó hasta hacer un artículo útil, tal como por ejemplo, un separador de batería flexible, microporoso, de la misma forma que en el Ejemplo 1 y el artículo resultante tenía las siguientes propiedades físicas

	Resistencia a la tensión	15,392 kg/cm ²
	Alargamiento	54%
	Resistencia Mullen	3,726 kg/cm ²
20	Resistencia eléctrica	0.041 Ω/6.451 cm ²
	Porosidad total (Prueba de Intrusión de Mercurio)	0,99 cc/g
	Diámetro promedio del poro	0,095 micras
	% de poros > 20 micras	2,5%

25 Los resultados de estas pruebas físicas indicaron un producto con propiedades esencialmente similares al de la composición en el Ejemplo 1, aún cuando las cifras de alargamiento reflejaron el hecho de que el artículo resultante era un tanto menos flexible que el artículo del Ejemplo 1 y tenía

30 resistencia eléctrica ligeramente más elevada. Sin embargo, el

1 artículo resultante fue un separador de batería flexible, mi-
cporoso a base de plástico, comercialmente aceptable.

EJEMPLO III

5 A fin de ilustrar la preparación de una composi-
ción de acuerdo con la presente invención en la que se emplea-
ron diferentes tipos de materiales de resina termoplástica y
llenador orgánico, aún cuando a la misma relación entre la re-
sina y el plastificador que en el Ejemplo II, se repitió el
mismo procedimiento que se establece en el Ejemplo I con los
10 siguientes ingredientes en los siguientes porcentajes:

	<u>Ingredientes</u>	<u>Porcentaje por peso</u>
	Homopolímero de cloruro de vinilo Silvic 229	14,23%
	ftalato de dioctilo	7,11%
15	Llenador de sílice hidratado, precipitado, AS 300	19,96%
	Ciclohexanona	28,22%
	Agua	30,48%
	Negro de carbón	0,001%

20 La composición resultante se fabricó hasta hacer
un artículo útil, tal como por ejemplo, un separador de bate-
ría flexible, microporoso, de la misma manera que en el Ejem-
plo I y el artículo resultante tenía las siguientes propieda-
des físicas:

25	Resistencia a la tensión	20,389 kg/cm ²
	Alargamiento	57%
	Resistencia Mullen	4,781 kg/cm ²
	Resistencia total (Prueba de Intrusión de Mercurio)	0,87 cc/g
30	Resistencia eléctrica	0,045 Ω /b,451 cm ²

1 Diámetro promedio del poro 0,11 micras
 % de poros > 20 micras 3,5%

5 Al comparar los datos físicos del artículo con -
respecto al artículo producido en el Ejemplo I, la resisten-
cia a la tensión del artículo fue más elevada que la del ar-
tículo del Ejemplo I, aún cuando su alargamiento es menor, in-
dicando un producto más resistente pero menos flexible. La
resistencia eléctrica del artículo fue inferior a la resis-
tencia eléctrica del artículo del Ejemplo I. Además la poro-
sidad del artículo fue menor que la porosidad del artículo
10 del Ejemplo I, aún cuando el tamaño del poro generalmente -
fue mayor.

EJEMPLO IV

15 A fin de ilustrar la preparación de una composi-
ción de acuerdo con la presente invención en la que se cam-
bió el tipo de plastificador, se repitió el mismo procedi-
miento que se establece en el Ejemplo I en el que se escogió
el adipato de dioctilo como el plastificador y se utilizó en
una relación de 50 partes de plastificador por cada 100 partes
20 de la resina. Adicionalmente, se empleó una resina termoplás-
tica diferente. Se emplearon los siguientes ingredientes en
los siguientes porcentajes:

	<u>Ingredientes</u>	<u>Porcentaje por peso</u>
25	Resina termoplástica Geon	
	103EPF 10	11,01%
	Adipato de dioctilo	4,96%
	Llenador de sílice hidratada, precipitada, Hi Sil 233	22,03%
	Ciclohexanona	29,52%
30	Agua	32,48%

1

Ingredientes

Porcentaje por peso

Negro de carbón

0,001%

5

La composición resitante se fabricó hasta hacer un artículo útil, tal como por ejemplo un separador de batería - flexible, microporoso, de la misma manera que en el Ejemplo I y el artículo resultante tenía las siguientes propiedades físicas:

10

Resistencia a la tensión	13,147 kg/cm ²
Alargamiento	62%
Resistencia Mullen	4,218 kg/cm ²
Resistencia eléctrica	0,031Ω/6,457 cm ²
Porosidad total (Prueba de Intrusión de Mercurio)	0,07 cc/g
% de poros > 20 micras	1,3%

15

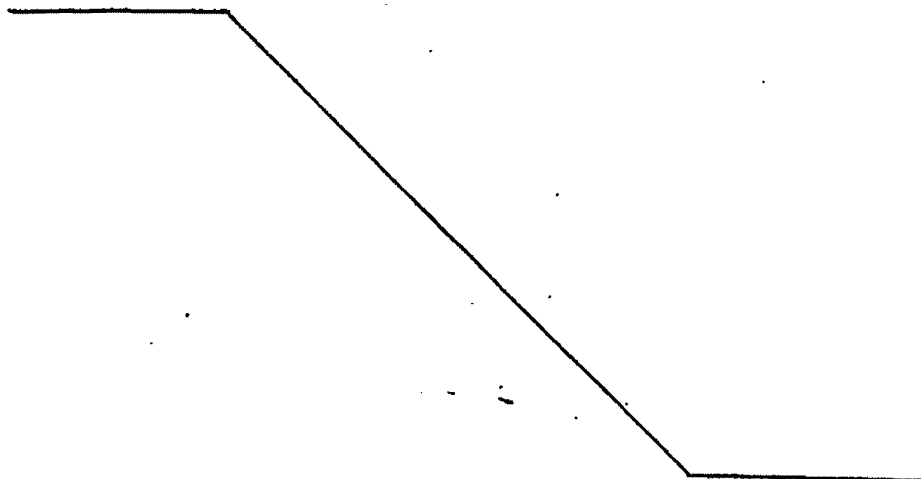
Los datos físicos ilustran que el uso de adipato de dioctilo como plastificador produjo un artículo con propiedades tanto físicas como electroquímicas muy similares a las del artículo del Ejemplo I en la que el ftalato de dioctilo fue el plastificador que se empleó.

20

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

25

30



1

REIVINDICACIONES

5

1.- Un procedimiento para producir un artículo extruido adaptable para ser utilizado como un separador de batería flexible, microporoso, cuyo procedimiento comprende de las etapas de:

10

a) combinar un lote maestro de:

i) un aglutinante de resina termoplástica en una cantidad comprendida entre 10% y 16% en peso de la composición total;

ii) un plastificador en una cantidad comprendida entre 4% y 10% en peso de la composición total;

15

b) añadir al lote maestro:

i) un material llenador inorgánico en una cantidad comprendida entre 19% y 23% en peso de la composición total;

ii) Un disolvente en una cantidad comprendida entre 26% y 32% en peso de la composición total; y

20

iii) un no disolvente en una cantidad comprendida entre 28% y 34% en peso de la composición total;

25

c) dispersar uniformemente las partes constituyentes de dicha composición;

d) extruir y calandrar dicha composición para producir un artículo en forma de lámina;

e) hacer pasar el artículo a través de un baño de extracción; y

f) secar el artículo.

30

2.- El procedimiento de la reivindicación 1, en

1 el que los ingredientes se dispersan uniformemente en una
mezcladora de sólidos de bajo corte a la temperatura ambien
te.

5 3. El procedimiento de la reivindicación 1, en
el que la composición se extruye en un extrusor de construc
ción de tornillo vertical a una temperatura comprendida en-
tre 27°C y 71°C y a una contrapresión comprendida entre 14,061
kilogramos por cm² y 35,153 kilogramos por cm².

10 4. El procedimiento de la reivindicación 3, en
el que la temperatura de extrusión está dentro de una gama
comprendida entre 46°C y 54°C y la contrapresión está com-
prendida entre 14,061 kilogramos por cm² y 21,092 kilogra-
mos por cm².

15 5. El procedimiento de la reivindicación 3, en
el que se coloca un empaque de criba de 40 mallas entre el
extrusor y la porción del dado del extrusor.

20 6. El procedimiento de la reivindicación 3, en
el que la composición se calandra, después de la extrusión,
a una temperatura comprendida entre aproximadamente 4°C y
15°C.

25 7. El procedimiento de la reivindicación 1, en
el que dicho baño de extracción es un baño de extracción de
agua y donde la temperatura del agua está comprendida entre
49°C y 93°C.

8. El procedimiento de la reivindicación 7, en
el que la temperatura del agua está comprendida entre 71°C
y 82°C.

30 9. El procedimiento de la reivindicación 1, en
el que el artículo se seca al aire a una temperatura de aire
comprendida entre 65°C y 135°C.

1 10. El procedimiento de la reivindicación 9, en
el que la temperatura del aire es de aproximadamente 107°C.

5 11. El procedimiento de la reivindicación 1, en
el que el mencionado aglutinante de resina termoplástica es
un cloruro de polivinilo.

12. El procedimiento de la reivindicación 11, en
el que el cloruro de polivinilo es un homopolímero de clo-
ruro de vinilo gamma en una cantidad comprendida entre 11%
y 15% en peso de la composición total.

10 13. El procedimiento de la reivindicación 1, en
el que el plastificador es un plastificador monomérico se-
leccionado del grupo que consiste en ftalato de dioctilo,
adipato de dioctilo y sebacato de dioctilo.

15 14. El procedimiento de la reivindicación 13, en
el que el plastificador monomérico es ftalato de dioctilo y
está en una cantidad comprendida entre 4% y 8% en peso de la
composición total.

20 15. El procedimiento de la reivindicación 1, en
el que el material llenador inorgánico es una sílice hidra-
tada precipitada en una cantidad comprendida entre 20% y
23% en peso de la composición total.

25 16. El procedimiento de la reivindicación 1, en
el que dicho disolvente está seleccionado del grupo que con-
siste en acetona, éter, dimetilformamida, ortoclorobenceno,
nitrobenceno, tetrahidrofurano y ciclohexanona.

17. El procedimiento de la reivindicación 16,
en el que dicho disolvente es ciclohexanona en una cantidad
comprendida entre 26% y 30% en peso de la composición total.

30 18. El procedimiento de la reivindicación 1, en
el que dicho disolvente es agua en una cantidad compren-

1 dida entre 29% y 33% en peso de la composición total.

5 19. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el aglutinante de resina termoplástica es un homopolímero de cloruro de vinilo gamma en una cantidad comprendida entre 11% y 12% de la composición total; en el que el plastificador es ftalato dedioctilo en una cantidad comprendida entre 6% y 7% en peso de la composición total; en el que el material llenador inorgánico es una sílice hidratada precipitada en una cantidad comprendida entre 22% y 23%
10 en peso de la composición total; en el que el disolvente es ciclohexanona en una cantidad comprendida entre 27% y 28% en peso de la composición total, y en el que el no disolvente es agua en una cantidad comprendida entre 31% y 33% en peso de la composición total.

15 20. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el aglutinante de resina termoplástica es homopolímero de cloruro de vinilo gamma en una cantidad comprendida entre 11% y 12% de la composición total; en el que el plasti
20 ficador es adipato de octilo en una cantidad comprendida entre 4,5% y 5,5% en peso de la composición total; en el que el material llenador inorgánico es una sílice hidratada precipitada en una cantidad comprendida entre 22% y 23% en peso de la composición total; en el que el disolvente es ciclohexanona en una cantidad comprendida entre 26% y 30% en peso
25 de la composición total, y en el que el no disolvente es agua en una cantidad entre 31% y 33% en peso de la composición total.

30 21. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el procedimiento comprende las etapas de:

a) combinar a la temperatura ambiente un lote

1

maestro;

i) un homopolímero de cloruro de vinilo gamma en una cantidad comprendida entre 11% y 12% en peso de la composición total; y

5

ii) ftalato de dioctilo en una cantidad comprendida entre 6% y 7% en peso de la composición total;

b) añadir al lote maestro:

10

i) un material llenador de sílice hidratada precipitada en una cantidad comprendida entre 22% y 23% en peso de la composición total;

ii) ciclohexanona en una cantidad comprendida entre 27% y 28% en peso de la composición total; y

15

iii) agua en una cantidad comprendida entre 31% y 33% en peso de la composición total;

c) dispersar uniformemente las partes constituyentes de la composición en una mezcladora de sólidos de bajo corte;

20

d) extruir la composición a través de un extrusor de tornillo vertical a una temperatura comprendida entre 46°C y 54°C a una contrapresión comprendida entre 14,061 Kilogramos por cm² y 21,092 kilogramos por cm²;

25

e) calandrar la composición a una temperatura comprendida entre 4°C y 15°C hasta formar un artículo en forma de lámina;

30

f) hacer pasar el artículo a través de un baño de extracción de agua, la temperatura de cuyo baño de agua se mantiene a entre 71°C y 82°C; y

g) secar con aire el artículo a una temperatura

1

de aire de aproximadamente 107°C.

22.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el procedimiento comprende las etapas de:

5

a) combinar a la temperatura ambiente un lote maestro de:

10

i) un homopolímero de cloruro de vinilo gamma en una cantidad comprendida entre 11% y 12% en peso de la composición total; y

ii) adipato de dioctilo en una cantidad comprendida entre 4,5% y 5,5% en peso de la composición total;

15

b) añadir al lote maestro:

i) un llenador de sílice hidratada precipitada en una cantidad comprendida entre 22% y 23% en peso de la composición total;

ii) ciclohexanona en una cantidad comprendida entre 26% y 30% en peso de la composición total;

20

iii) agua en una cantidad comprendida entre 31% y 33% en peso de la composición total;

25

c) dispersar uniformemente las partes constituyentes de la composición en una mezcladora de sólidos de bajo corte;

d) extruir la composición a través de un extrusor de tornillo vertical a una temperatura comprendida entre 46°C y 54°C y a una contrapresión comprendida entre 14,061 kilogramo por cm² y 21,092 kilogramos por cm²;

30

e) calandrar la composición a una temperatura comprendida entre 4°C y 15°C hasta obtener un

1 artículo en forma de lámina;

f) hacer pasar el artículo a través de un baño de extracción de agua en el que la temperatura del agua se mantiene a entre 71°C y 82°C; y

5 g) secar con aire el artículo a una temperatura de aire de aproximadamente 107°C.

23. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1, 21 o 22, en el que el artículo producido tiene una resistencia a la tensión mayor que 10,546 kilogramos por cm², un alargamiento mayor del 40% y una resistencia eléctrica inferior a 0,070 ohms/6,451 centímetros cuadrados.

15 24. El procedimiento de la reivindicación 23 en el que el artículo flexible, microporoso, en forma de lámina comprende una matriz de resina plastificada y un material llenador orgánico, cuyo artículo incluye una red de poros formados dentro de la matriz de resina plastificada entre las partículas del material llenador orgánico y la matriz, entre la vecindad de las partículas del material de llenador orgánico y dentro de la propia matriz.

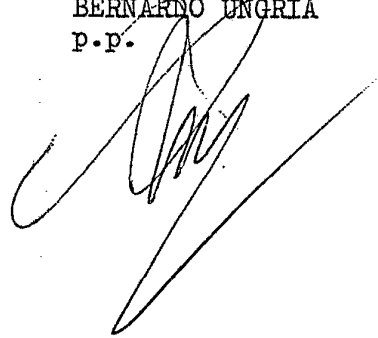
20 25. El procedimiento de la reivindicación 24, en el que el diámetro de poro promedio de los poros es aproximadamente de 1 micra, en el que la porosidad de dicho artículo es como mínimo de 50% en alcohol, y en el que la resistencia a la tensión del artículo es mayor de 14,061 kilogramos por cm².

25 26. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
30 " UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN ARTICULO EXTRUIDO ADAPTABLE PARA SER UTILIZADO COMO UN SEPARADOR DE BATERIA FLEXIBLE "

1 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente Memoria Descriptiva que consta de veintiocho
páginas mecanografiadas.

5 Madrid, 25 de Junio de 1976

BERNARDO UNGRIA
P.P.

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over the typed name and initials.

10

15

20

25

30