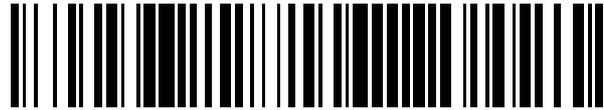


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 705 557**

51 Int. Cl.:

H01M 2/16 (2006.01)
C08L 1/00 (2006.01)
D21H 11/00 (2006.01)
D01F 2/00 (2006.01)
H01M 10/24 (2006.01)
C08L 1/02 (2006.01)
C08L 5/14 (2006.01)
D21H 11/16 (2006.01)
D21H 13/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.02.2013 PCT/EP2013/053579**
87 Fecha y número de publicación internacional: **31.10.2013 WO13159948**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.02.2013 E 13706957 (1)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.11.2018 EP 2842182**

54 Título: **Separador de batería**

30 Prioridad:

26.04.2012 EP 12165714

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.03.2019

73 Titular/es:

**LENZING AKTIENGESELLSCHAFT (100.0%)
Werkstrasse 2
4860 Lenzing, AT**

72 Inventor/es:

**GALLO, MARCO;
SLATER, PETER ANDREW y
POTTER, CHRIS**

74 Agente/Representante:

PAZ ESPUCHE, Alberto

ES 2 705 557 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Separador de batería

5 La presente invención se refiere al campo de las baterías, incluyendo baterías alcalinas (primarias y secundarias) y de litio, que incluyen separadores que comprenden una capa porosa que incluye fibras poliméricas.

Tales separadores sirven para evitar una conexión eléctrica entre el ánodo y el cátodo de la batería, o un cortocircuito.

10 Se emplean ampliamente fibras celulósicas en separadores de batería debido a su capacidad para absorber y retener los electrolitos. Sin embargo, algunas de estas fibras celulósicas (como rayón o pulpa mercerizada) tienen una escasa capacidad de fibrilación y, por tanto, no permiten obtener separadores de batería con las propiedades deseadas en cuanto a densidad, porosidad y estabilidad dimensional.

15 Las fibras celulósicas del género lyocell se conocen bien por su capacidad de fibrilación y se emplean en separadores de batería. Las fibras de lyocell se hilan a partir de una disolución de celulosa en un óxido de amina terciaria.

20 Gracias a las fibrillas finas y largas, los separadores hechos con tales fibras tienen una porosidad adecuada, la movilidad de iones dentro de la batería es muy buena y la eficacia de la batería es alta. Las fibrillas se entrelazan muy bien durante la fabricación de papel y forman una estructura densa con poco encogimiento y una alta estabilidad dimensional. Además el tamaño promedio de los poros es pequeño, y esto representa una barrera para las dendritas.

25 El uso de fibras de lyocell en separadores de batería se ha dado a conocer en los documentos EP 0 572 921 A1, US 2007/0014080 A1, US 2010/0310921 y US 2009/0017385 A1. El documento WO 97/37392 da a conocer un separador de batería hecho de una película de celulosa formada a partir de una disolución de celulosa en un óxido de amina. Se proporciona estado de la técnica adicional mediante los documentos US 5.700.700 y DE 198 55 644.

30 Especialmente en el caso de baterías alcalinas, se requiere que el separador de batería tenga buena estabilidad química en presencia de electrolitos fuertes (tales como KOH al 30-40%). Se dan a conocer detalles adicionales sobre los requisitos de los separadores de batería en diversos tipos de baterías en, por ejemplo, el documento WO 2007/041312.

35 Se desea todavía fabricar separadores de batería con fibras celulósicas que tengan una resistencia potenciada hacia disoluciones de álcali.

40 Por consiguiente, en un aspecto la presente invención proporciona un separador de batería, que comprende fibras celulósicas del género lyocell, en el que el valor R10, el valor R18 y el contenido en hemicelulosa de las fibras de lyocell es tal como sigue:

R10 > 83%, preferiblemente > 84%

45 R18 > 93%, preferiblemente > 94%

Contenido en hemicelulosa < 3%.

50 En un aspecto adicional, la presente invención proporciona el uso de una fibra celulósica del género lyocell, presentando dicha fibra

- un valor para R10 > 83%, preferiblemente > 84%

55 - un valor para R18 > 93%, preferiblemente > 94%

- un contenido en hemicelulosa < 3%,

en un separador de batería.

60 La presente invención, además, proporciona una fibra celulósica del género lyocell, presentando dicha fibra

- un valor para R10 > 83%, preferiblemente > 84%

- un valor para R18 > 93%, preferiblemente > 94%

65 - un contenido en hemicelulosa < 3% y

- una longitud de desde 2 hasta 10 mm.

Finalmente, la presente invención proporciona una batería, preferiblemente una batería alcalina, que comprende el separador de batería según la presente invención.

5 Breve descripción de los dibujos

Las figuras 1 y 2 demuestran las propiedades de resistencia al álcali (figura 1) y permeabilidad al aire (figura 2) de separadores de batería según la presente invención y ejemplos comparativos.

10 Las figuras 3 a 6 demuestran el efecto de la mercerización de fibras de lyocell sobre la resistencia al álcali en cuanto a valor R10 (figuras 3 y 5) y valor R18 (figuras 4 y 6).

La figura 7 muestra los resultados de una prueba de Schopper-Riegler sobre fibra de lyocell mercerizada y no mercerizada.

15 Descripción detallada de la invención

Se ha encontrado sorprendentemente que fibras de lyocell con un determinado conjunto de propiedades, es decir valor R10, valor R18 y contenido en hemicelulosa, presentan una resistencia mucho mejor a electrolitos de especialmente baterías alcalinas que fibras de lyocell convencionales propuestas hasta la fecha para separadores de batería.

20 Tal como conoce el experto en la técnica, el valor R10 de un sustrato celulósico es la cantidad de residuo no disuelto cuando se expone el sustrato a NaOH al 10%. R18 refleja la cantidad de residuo no disuelto cuando se expone el sustrato a NaOH al 18%. Ambos valores pueden medirse según la norma DIN 54355.

Todos los valores facilitados dentro de esta solicitud para R10, R18 y contenido en hemicelulosa son % en peso.

30 El contenido de hemicelulosa se entiende que es la suma de xilano y manano. El método para determinar el contenido de hemicelulosa se expone adicionalmente más adelante.

Cuando se producen separadores de batería que comprenden fibras de lyocell que cumplen las especificaciones anteriores, se encontró que la reducción de peso del separador en KOH al 40% se redujo significativamente.

35 Además, separadores que contienen las fibras de lyocell especificadas anteriormente tienen una reducción de área inferior en KOH al 40% en comparación con separadores que contienen otras fibras celulósicas.

40 Las fibras de lyocell con las propiedades especificadas anteriormente tienen también un alto grado de fibrilación cuando se refinan con los sistemas de batido convencionales. Por ejemplo, el refinado convencional canadiense (CSF) de las fibras refinadas está por debajo de 700 ml, o preferiblemente por debajo de 500 ml.

La resistencia al álcali de separadores de batería se potenció adicionalmente cuando se emplearon fibras de lyocell en las que el valor R10, el valor R18 y el contenido en hemicelulosa de las fibras de lyocell son tal como sigue:

45 R10 > 89%

R18 > 97%

50 contenido en hemicelulosa < 2%.

Tales fibras de lyocell mostraban una excelente resistencia al álcali, por tanto eran particularmente adecuadas para fabricar separadores con reducción de peso extremadamente baja en KOH. No obstante, las fibras de lyocell que tienen valores de R18 y R10 extremadamente altos y un contenido en hemicelulosa extremadamente bajo son más difíciles de batir. Por tanto, es más difícil obtener fibrillas finas que sean adecuadas para fabricar separadores con bajo encogimiento en KOH y porosidad adecuada.

55 El separador de batería según la presente invención puede comprender una mezcla de fibras de lyocell que presentan los valores R10, valores R18 y contenido en hemicelulosa expuestos anteriormente.

60 En una realización especialmente preferida de la presente invención, las fibras de lyocell están mercerizadas.

La mercerización de fibras celulósicas se conoce bien en la industria textil para modificar hilos y propiedades del material textil y lograr prestaciones especiales. En resumen, la mercerización significa el tratamiento de la fibra, el hilo o el material textil con una disolución alcalina, especialmente disolución de NaOH. Los efectos de la mercerización sobre la estructura de fibras de, entre otras, fibras de lyocell se han comentado, entre otros, en Stana-

Kleinschek *et al.*, Correlation of regenerated cellulose fibres morphology and surface free energy components, Lenzinger Berichte 82 (2003), 83-95 y Colom, X., Carrillo, F., Crystallinity changes in lyocell and viscose-type fibres by caustic treatment, Europ. Polymer J. 38 (2002), 2225-2230. La mercerización de materiales textiles que contienen fibra de lyocell se da a conocer en el documento WO 95/024524 A1.

5 Se ha encontrado que la pulpa mercerizada (que es una fibra celulósica, pero no una fibra celulósica artificial que se ha hilado a partir de una disolución que contiene celulosa, como fibra de lyocell) presenta una alta resistencia al álcali cuando se usa en un separador de batería, pero presenta una escasa capacidad de fibrilación (véase el documento US 7.781.104 B2). Aparentemente, el tratamiento de mercerización realizado sobre la pulpa influye
10 negativamente en la capacidad de fibrilación de la pulpa.

En contraposición a esto, se ha encontrado que las fibras de lyocell mercerizadas no sólo presentan una alta resistencia al álcali cuando se usan en un separador de batería, sino también una alta capacidad de fibrilación.

15 El valor R10 y el valor R18 de las fibras de lyocell mercerizadas empleadas según esta realización preferida de la invención son preferiblemente tal como sigue:

R10 > 87%, preferiblemente > 93%

20 R18 > 95%, preferiblemente > 98%.

Se ha encontrado que a pesar de estos valores de R10 y R18 altos, las fibras de lyocell no sólo presentan una excelente resistencia al álcali, sino que también muestran una buena capacidad de fibrilación durante el proceso de refinado.

25 La cantidad de las fibras de lyocell que satisfacen los requisitos anteriores en el separador pueden oscilar entre el 1% y el 100%, preferiblemente el 15% o más, el 25% o más, el 40% o más, o el 50% o más.

30 El separador puede comprender otros constituyentes conocidos por el experto en la técnica, tales como fibras de PVA y aglutinantes de PVA, pulpa, fibras de viscosa o también fibras de lyocell que no satisfacen los requisitos con respecto al valor R10, valor R18 y contenido en hemicelulosa.

El separador puede ser de cualquier diseño conocido, tal como un diseño de monocapa o de múltiples capas. En estructuras de múltiples capas, al menos una capa debe ser una capa no tejida.

35 En tales realizaciones, puede haber una o más capas adicionales que pueden seleccionarse del grupo que consiste en materiales textiles no tejidos o capas microporosas (películas), por ejemplo celofán, PVA, poliamida, poliéster o poliolefinas.

40 En algunas realizaciones las capas pueden pegarse o unirse térmicamente entre sí. Cada capa puede recubrirse con partículas (como partículas inorgánicas), puede injertarse, tratarse con tensioactivos o tratarse con corona. Esta clase de tratamiento puede ser simétrico o asimétrico, tal como se describe en el documento US2012/028103A1.

45 Además el separador puede incluir sustancias funcionales que tienen una función de "atrapamiento de iones". Pueden bloquear selectivamente moléculas que reducen el rendimiento de la batería (documento US2011/0117413A1).

Se encontró que separadores de batería que comprenden las fibras de lyocell que satisfacen los requisitos según la presente invención presentan propiedades ventajosas, tales como

50 - una reducción de peso en KOH de < 6,0%, preferiblemente del 5,5% o menos, más preferiblemente del 5% o menos, lo más preferiblemente del 4% o menos

- una reducción de área en KOH de < 4,5%, preferiblemente del 3,5% o menos, lo más preferiblemente del 2% o menos y/o

55 - una permeabilidad al aire Frazier de < 50 cm³/cm²/s, preferiblemente 20 cm³/cm²/s, lo más preferido de desde 3,5 cm³/cm²/s hasta 15 cm³/cm²/s.

60 En el caso de fibras de lyocell mercerizadas, pueden obtenerse propiedades incluso más preferibles en cuanto a reducción de peso en KOH y reducción de área en KOH, tales como

- una reducción de peso en KOH de < 3,5%, preferiblemente del 2,5% o menos

- una reducción de área en KOH de < 3,0%, preferiblemente del 1,0% o menos.

65

Las fibras de lyocell que van a emplearse según la presente invención pueden presentar un título en el intervalo de 0,2-10 dtex, preferiblemente 0,2-2 dtex. La longitud de las fibras puede estar en el intervalo de 1-20 mm, preferiblemente 2-10 mm. El diámetro de las fibrillas tras refinar las fibras puede ser de entre 50 nm y 10.000 nm.

5 Una fibra de lyocell que satisface los requisitos según la presente invención y que presenta una longitud de desde 2 hasta 10 mm no se ha propuesto anteriormente.

10 Pueden prepararse fibras de lyocell que satisfacen los requisitos según la presente invención a partir de materiales de partida celulósicos, especialmente pulpas o mezclas de pulpas, que tienen propiedades correspondientes en cuanto a valor R10, valor R18 y contenido en hemicelulosa.

Por tanto, para fabricar las fibras de lyocell que van a emplearse según la presente invención

15 - todos los componentes del material de partida celulósico deben presentar

R18>94%,

R10>85% y

20 hemicelulosa < 3%

- al menos 50% en peso del material de partida celulósico debe presentar

25 R18>96%,

R10>90% y

hemicelulosa < 3%.

30 Con el fin de producir fibras de lyocell con un valor de R10 y R18 muy alto, al menos el 50% en peso del material de partida celulósico debe presentar

R18>98%,

35 R10>97% y

Hemicelulosa < 1 %

40 Las pulpas que satisfacen los requisitos anteriores están disponibles comercialmente y/o puede producirlas el experto en la técnica según las necesidades respectivas de la producción, véase por ejemplo el documento US 2009/0312536 A1 o el documento WO 2005/118950.

El material de partida celulósico puede incluir también línteres de algodón.

45 Alternativamente, también pueden obtenerse fibras de lyocell que presentan los valores R10, valores R18 según la presente invención mercerizando la fibra de lyocell.

50 Normalmente, la mercerización se lleva a cabo con una disolución de NaOH. La concentración de NaOH en la disolución puede ser preferiblemente de desde el 5% en peso hasta el 20% en peso. La duración del tratamiento (tiempo de residencia de las fibras en el baño de tratamiento) puede ser preferiblemente de desde 120 hasta 480 segundos.

55 La mercerización puede llevarse a cabo dentro de la línea de producción de fibras justo antes de la etapa de corte, en donde las fibras están todavía en forma de filamentos continuos denominados "cinta de filamentos continuos". Alternativamente, la mercerización puede llevarse a cabo en la línea de producción de fibras tras cortar, cuando las fibras ya están en forma de fibra "cortada" o "cortada corta". Por supuesto, la mercerización también puede llevarse a cabo fuera de línea.

60 La mercerización puede aplicarse a cualquier tipo de fibras de lyocell, independientemente de los tipos de pulpa u otras condiciones usadas para la producción de las fibras. Si como material de partida para la mercerización se emplean fibras de lyocell cuyos valores R10 y R18 son todavía altos, notablemente cuando los valores R10 y R18 cumplen todavía los requisitos de la presente invención (porque se han fabricado a partir de una pulpa tal como se especificó anteriormente), pueden obtenerse excelentes resultados.

65 **Ejemplos**

ES 2 705 557 T3

Métodos de prueba

Método de prueba para determinar el contenido en hemicelulosa

- 5 Principio: Hidrólisis con ácido sulfúrico en dos etapas seguido por cuantificación de los monosacáridos obtenidos mediante cromatografía de intercambio aniónico.

Procedimiento:

- 10 Hidrólisis:

15 Se colocan aproximadamente 50 mg de la muestra en un tubo de cultivo C (Wheaton) equipado con un agitador magnético pequeño. Entonces se añaden 0,5 ml de ácido sulfúrico al 72,3% bajo agitación vigorosa y se cierra el tubo de reacción. Se mantiene la mezcla a temperatura ambiente durante 3 horas con agitación frecuente para disolver apropiadamente la muestra.

Para la segunda etapa de hidrólisis, se añaden 8,5 ml de agua y se coloca el recipiente de reacción en un bloque de calentamiento y se calienta hasta 110°C durante 90 min.

- 20 Se enfría la disolución de muestra, se filtra (0,45 µm), se diluye 50 veces y se neutraliza con hidróxido de sodio.

Cromatografía:

- 25 Columna: Dionex CarboPac PA10 4*50 + 4*250 mm

Eluyente A: Agua MilliQ

Eluyente B: Hidróxido de sodio 0,35 M

- 30 Velocidad de flujo: 1 ml/min

Temperatura: ambiental

- 35 Volumen de inyección: 20 µl

Reactivo de columna posterior: Hidróxido de sodio 0,35 M (0,8 ml/min)

Detección: Detección amperométrica pulsada (Dionex ED40)

- 40 Tiempo de ejecución: 51 min

Programa de gradiente

Tiempo [min]	Eluyente A [%]	Eluyente B [%]	Comentario
0,0	100	0	separación
33,5	100	0	
34,0	0	100	regeneración
36,0	0	100	
36,5	100	0	condicionamiento
51	100	0	final

- 45 Sin embargo, la cromatografía también puede llevarse a cabo con otras columnas de intercambio aniónico con resultados equivalentes.

La evaluación y cuantificación de los resultados de las cromatografías las conoce bien el experto en la técnica.

- 50 Pruebas sobre papel:

Gramaje

- 55 Medido según la norma EDANA WSP130.1

Grosor

Medido según la norma ASTM D1777

ES 2 705 557 T3

Densidad

Calculada: $Densidad (g/cm^3) = (gramaje [g/m^2] / 10000) / (grosor [\mu m] / 10000)$

5 Prueba de álcali (tasa de encogimiento de área en KOH)

Procedimiento:

10 - Cortar una lámina cuadrada de 120mm x 120 mm (A1). Cortar cuidadosamente la muestra cuando el papel es uniforme.

- Sumergirla en disolución de KOH al 40% a 70°C.

15 - Mantenerla en el baño durante 8 horas

- Medir el área de la muestra húmeda (A2)

$$\text{Tasa de encogimiento de área (\%)} = (A1-A2)/A1 \times 100$$

20 Prueba de álcali (tasa de reducción de peso en KOH)

Procedimiento:

25 - Cortar uno o más trozos de separador con un peso de aproximadamente 5g

- Secar la muestra a 80°C durante 1 hora

- Pesar la muestra secada (W1)

30 - Sumergirla en disolución de KOH al 40% a 70°C.

- Mantenerla en el baño durante 8 horas

35 - Lavar la muestra con agua

- Secar la muestra a 80°C durante 1 hora

- Pesar la muestra secada (W2)

40 $\text{Tasa de reducción de peso (\%)} = (W1-W2)/W1 \times 100$

Permeabilidad al aire Frazier

45 La permeabilidad al aire se midió según la norma JIS 1096-6.27.

La presión diferencial del flujo de aire que pasa a través del material era de 1,27 cm (0,5 pulgadas) de agua.

Porosidad

50 Se calculó dividiendo el gramaje del papel (g/m^2) entre la densidad de polímero (g/cm^3) y entre el grosor del papel (μm), multiplicando por 100 y finalmente restando el resultado de 100.

$$\text{Porosidad (\%)} = 100 - (\text{gramaje} / [\text{densidad} \times \text{grosor}] \times 100)$$

55 Fabricación de fibras de lyocell

Se fabricaron fibras de lyocell según métodos conocidos como tales por el experto en la técnica a partir de diferentes pulpas. Las propiedades de las pulpas empleadas, su cantidad respectiva en la fibra producida a partir de las mismas y las propiedades de las fibras resultantes se enumeran en la siguiente tabla:

60

Tabla 1:

		Ejemplos de fibra (porcentaje de tipo de pulpa respectivo en la fibra)								
Tipo de pulpa		ref.	A	G	H	B	F	C	D	Q

ES 2 705 557 T3

Tipo de pulpa 1	Xilano, %	2,6	100							
	Manano, %	0,7								
	Hemicelulosa tot., %	3,3								
	R10, %	82,2								
Tipo de pulpa 2	R18, %	92,7								
	Xilano, %	7,3	100	50	20					
	Manano, %	5,3								
	Hemicelulosa tot., %	12,6								
R10, %	83,3									
Tipo de pulpa 3	R18, %	89,4								
	Xilano, %	2,5		50	80	100	50			
	Manano, %	0,4								
	Hemicelulosa tot., %	2,9								
R10, %	85,9									
Tipo de pulpa 4	R18, %	94,9								
	Xilano, %	2,4					50	100		
	Manano, %	0								
	Hemicelulosa tot., %	2,4								
R10, %	92,6									
Tipo de pulpa 5	R18, %	97,2								
	Xilano, %	1,6						50		
	Manano, %	0,2								
	Hemicelulosa tot., %	1,8								
R10, %	93,6									
Tipo de pulpa 6	R18, %	97,4								
	Xilano, %	0,5						50		
	Manano, %	0								
	Hemicelulosa tot., %	0,5								
R10, %	98,6									
	R18, %	99,5								
Propiedades de fibra:			A	G	H	B	F	C	D	Q
dtex			1,7	1,7	1,3	1,7	1,3	1,7	1,7	1,3
Longitud, mm			4	5	5	4	5	4	5	5
Xilano, %			2	7,3	4,3	3	1,6	2,1	2,6	1,1
Manano, %			0,2	4,9	2,3	1,6	0,2	0,2	0,1	0,1
Hemicelulosa tot., %			2,2	12,2	6,6	4,6	1,8	2,3	2,7	1,2
R10, %			80,1	75,2	78	82,4	79,9	85,7	88,1	89,7
R18, %			93,3	83,4	88,8	92,3	93,8	95,2	96,4	97,5

Por consiguiente, los ejemplos de fibra C, D y Q satisfacen los requisitos según la presente invención. Las fibras A, G, H, B y F constituyen ejemplos comparativos.

5 Refinado

Se refinaron las fibras de lyocell con una batidora Valley según la norma ISO 5264-1.

Se refinaron las fibras de pulpa con un molino PFI U3000 según la norma ISO 5264-2.

10

Muestras de papel

Se prepararon muestras de papel con una formadora de láminas RAPID-KOTHEN, según la norma EN ISO 5269/2.

15 Se fabricaron diversos papeles a partir de las fibras tal como se resumió anteriormente, opcionalmente en una mezcla con otros constituyentes.

La composición de las muestras de papel así como las propiedades determinadas en las mismas se resumen en las siguientes tablas:

20

Tabla 2 - Ejemplos según la invención:

		Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 8
Composición del papel, %	Aglutinante de PVA, 1,1 dtex, 3 mm				15	15	15	15	15
	Fibras de PVA, 1,1 dtex, 2 mm				35	35	35	35	35
	Pulpa de eucalipto (CSF=460ml)								
	Pulpa de madera mercerizada (CSF>700 ml)								
	Pulpa de linteres de algodón (CSF>700 ml)								
	Fibras de viscosa, 0,9 dtex, 3 mm								
	Lyocell ej. C, 150 ml CSF	100			50			25	15
	Lyocell ej. D, 150 ml CSF		100			50			
	Lyocell ej. Q, >700 ml CSF			100			50		
Lyocell ej. A, 150 ml CSF							25	35	
Propiedades del papel	Gramaje, g/m ²	48	46	47	46	46	46	45	45
	Grosor, μm	107	101	117	123	126	126	119	120
	Densidad, g/cm ³	0,45	0,46	0,40	0,37	0,37	0,37	0,38	0,38
	Porosidad, %	70	70	73	72	73	73	71	72
	Tasa de reducción de peso en KOH, %	5,7	5,6	2,6	3,3	3,7	2,0	4,6	5,2
	Tasa de encogimiento de área en KOH, %	3,1	2,9	4,2	1,9	1,5	2,4	1,8	1,7
	Permeabilidad al aire Frazier, cm ³ /cm ² /s	1,8	1,2	66,0	7,2	4,4	73,0	6,3	5,0

Tabla 3 - Ejemplos comparativos

		Ej. 9	Ej. 10	Ej. 11	Ej. 12	Ej. 13	Ej. 14
Composición del papel, %	Aglutinante de PVA, 1,1 dtex, 3 mm			15	15	15	15
	Fibras de PVA, 1,1 dtex, 2 mm			35	35	35	35
	Pulpa de eucalipto (CSF=460 ml)				25		
	Pulpa de madera mercerizada (CSF>700 ml)						50
	Pulpa de linteres de algodón (CSF>700 ml)					50	
	Fibras de viscosa, 0,9 dtex, 3 mm				25		
Propiedades del papel	Lyocell ej. B, 150 ml CSF	100					
	Lyocell ej. A, 150 ml CSF		100	50			
	Gramaje, g/m ²	48	48	46	45	46	47
	Grosor, μm	108	110	121	111	121	120
	Densidad, g/cm ³	0,44	0,44	0,38	0,41	0,38	0,39
	Porosidad, %	70	71	72	70	72	71
	Tasa de reducción de peso en KOH, %	7,1	10,0	5,9	6,9	1,2	3,6
Tasa de encogimiento de área en KOH, %	2,8	3,3	1,7	9,0	8,6	3,1	
Permeabilidad al aire Frazier, cm ³ /cm ² /s	0,7	2,1	6,8	28,0	60,0	71,0	

5 Las figuras 1 y 2 demuestran las propiedades de resistencia al álcali (figura 1) y permeabilidad al aire (figura 2) de algunos de los ejemplos anteriores más algunos ejemplos comparativos adicionales que no contienen fibra de lyocell.

10 En cada caso, el separador de batería contenía el 50% de componente celulósico (fibras de lyocell según la presente invención, fibras de lyocell no según la presente invención u otros materiales celulósicos tales como pulpa de eucalipto, rayón, pulpa de linteres de algodón y pulpa de madera mercerizada) y el 35% de fibras de PVA así como el 15% de aglutinante de PVA.

15 Uso de fibra de lyocell mercerizada

20 Se mercerizaron fibras de lyocell producidas a partir de los mismos materiales de partida y se hilaron en las mismas condiciones que para los ejemplos B y C anteriores, se mercerizaron en disoluciones de NaOH acuosas en forma de cinta de filamentos continuos. Entonces se cortaron las fibras hasta una longitud de 3 mm. El procedimiento de mercerización empleó los siguientes parámetros:

Concentración de NaOH (%): 5 - 10 - 15 - 20

Tiempo de residencia (s): 120 - 240 - 480

Temperatura del baño (°C): 25

Se determinaron las resistencias al álcali de las fibras mercerizadas en cuanto a valor R10 y valor R18.

En la siguiente tabla se resumen los regímenes de prueba respectivos y los resultados en cuanto a valor R10 y valor R18:

Tabla 4 - Regímenes de prueba para la mercerización y resultados

5

Ejemplo	Fibras de partida	Condiciones de mercerización			Resistencia al álcali	
		Concentración de NaOH (%)	Tiempo de residencia (s)	Temperatura, del baño °C	R10%	R18%
C-1-0	Ejemplo C	0	0	25	85,7	95,2
C-1-1	Ejemplo C	5	120	25	87,0	97,0
C-1-2	Ejemplo C	10	120	25	91,3	98,4
C-1-3	Ejemplo C	15	120	25	94,5	98,9
C-1-4	Ejemplo C	20	120	25	94,5	98,7
C-2-4	Ejemplo C	5	240	25	87,0	96,9
C-3-1	Ejemplo C	10	240	25	93,5	98,6
C-2-6	Ejemplo C	15	240	25	96,5	99,3
C-3-2	Ejemplo C	20	240	25	96,8	98,5
C-3-3	Ejemplo C	5	480	25	87,0	96,9
C-3-4	Ejemplo C	10	480	25	95,3	98,6
C-3-5	Ejemplo C	15	480	25	96,7	98,7
C-3-6	Ejemplo C	20	480	25	96,9	98,6
B-4-0	Ejemplo B	0	0	25	82,4	92,3
B-4-1	Ejemplo B	5	240	25	83,3	95,0
B-4-2	Ejemplo B	10	240	25	93,4	97,2
B-4-3	Ejemplo B	15	240	25	95,4	97,7
B-4-4	Ejemplo B	20	240	25	94,8	97,9

Los resultados se muestran gráficamente en la figura 3 (valor R10) y figura 4 (valor R18) con respecto a la fibra del ejemplo C, y la figura 5 (valor R10) y figura 6 (valor R18) con respecto a la fibra del ejemplo B.

10 Puede observarse que los valores R10 y valores R18 de fibras de lyocell que ya satisfacen los requisitos de la presente invención (ejemplo C) se potencian adicionalmente mediante un tratamiento de mercerización, y los de fibras de lyocell que no satisfacen los requisitos de la presente invención (ejemplo B) pueden aumentarse tal como para satisfacer los requisitos mediante un tratamiento de mercerización.

15 Se realizó una prueba de Schopper-Riegler sobre la fibra no mercerizada del ejemplo B y la fibra mercerizada según el ejemplo B-4-3 anterior en una batidora Valley.

Los resultados de las pruebas se muestran en la figura 7. Puede observarse claramente que la fibra mercerizada desarrolla valores de Schopper-Riegler superiores en un plazo de tiempo de refinado más corto. Esto significa que la fibra de lyocell mercerizada tiene un alto grado de fibrilación.

20

Se fabricaron papeles, tal como se describió anteriormente, a partir de las fibras mercerizadas descritas anteriormente, de manera opcional en una mezcla con otros constituyentes.

25 La composición de las muestras de papel así como las propiedades determinadas en las mismas se resumen en las siguientes tablas:

Tabla 5 - Muestras de papel

		Ej. 15	Ej. 16	Ej. 17	Ej. 18	Ej. 19	Ej. 20	Ej. 21	Ej. 22	Ej. 23	Ej. 24	Ej. 25	Ej. 26	Ej. 27	Ej. 28
Composición del papel, %	Aglutinante de PVA, 1,1 dtex, 3 mm								15	15	15	15	15	15	15
	Fibras de PVA, 1,1 dtex, 2 mm								35	35	35	35	35	35	35
	Pulpa de eucalipto (CSF=460 ml)														
	Pulpa de madera mercerizada (CSF>700 ml)														
	Pulpa de linteres de algodón														

	(CSF>700 ml)														
	Fibras de viscosa, 0,9 dtex, 3 mm														
	Lyocell ejemplo C-1-1, 150 ml CSF	100						50							
	Lyocell ejemplo C-1-3, 150ml CSF		100						50						
	Lyocell ejemplo C-2-6, 150ml CSF			100						50					
	Lyocell ejemplo C-3-2, 150 ml CSF				100						50				
	Lyocell ejemplo C-3-4, 150 ml CSF					100						50			
	Lyocell ejemplo B-4-3, 150 ml CSF						100						50		
	Lyocell ejemplo B-4-4, 150 ml CSF							100							50
Propiedades del papel	Gramaje, g/m ²	45	44	46	45	45	43	43	44	45	44	44	42	43	44
	Grosor, μm	101	99	102	101	108	105	105	124	123	128	123	124	105	123
	Densidad, g/cm ³	0,45	0,44	0,45	0,45	0,42	0,42	0,41	0,35	0,37	0,34	0,36	0,34	0,41	0,36
	Porosidad, %	67	67	67	67	69	70	70	74	73	75	74	75	70	74
	Tasa de reducción de peso en KOH, %	5,2	5,0	3,9	2,8	3,5	5,0	3,5	2,8	3,0	2,3	1,6	2,1	2,9	1,7
	Tasa de encogimiento de área en KOH, %	4	2	1,4	1,7	2,4	2,7	1,2	1,9	0,9	0,6	1,1	0,9	1	0,8
	Permeabilidad al aire Frazier, cm ³ /cm ² /s	2,2	1,8	3,9	1,9	4,2	3,2	1,6	5,6	6,1	9,2	12,3	14,3	25,2	13,6

Tabla 6 - Ejemplos de comparación

		Ej. 29	Ej. 30	Ej. 31	Ej. 32	Ej. 33
Composición del papel, %	Aglutinante de PVA, 1,1 dtex, 3 mm	15	15	15	15	15
	Fibras de PVA, 1,1 dtex, 2 mm	35	35	35	35	35
	Pulpa de eucalipto (CSF=460 ml)			25		
	Pulpa de madera mercerizada (CSF>700 ml)					50
	Pulpa de linteras de algodón (CSF>700 ml)				50	
	Fibras de viscosa, 0,9 dtex, 3 mm			25		
	Lyocell ejemplo B - no mercerizado, 150 CSF	50				
	Lyocell Ejemplo C - no mercerizado, 150 CSF		50			
Propiedades del papel	Gramaje, g/m ²	46	45	45	46	47
	Grosor, μm	118	117	111	121	120
	Densidad, g/cm ³	0,38	0,4	0,41	0,38	0,39
	Porosidad, %	70	72	70	72	71
	Tasa de reducción de peso en KOH, %	5,1	3,5	6,9	1,2	3,6
	Tasa de encogimiento de área en KOH, %	1,9	1,8	9	8,6	3,1
	Permeabilidad al aire Frazier, cm ³ /cm ² /s	7,2	8,7	28	60	71

- 5 Comparando el ejemplo de comparación 29 con los ejemplos de la invención 27 y 28, y el ejemplo de comparación 30 con los ejemplos de la invención 22 a 26, respectivamente, hay una reducción notable (adicional) en la tasa de reducción de peso en KOH obtenida empleando fibra de lyocell mercerizada en lugar de fibra de lyocell no mercerizada.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Separador de batería, que comprende fibras celulósicas del género lyocell, en el que el valor R10, el valor R18, que se determinan según la norma DIN 54355, y el contenido en hemicelulosa de las fibras de lyocell son tal como sigue:
- R10 > 83% en peso, preferiblemente > 84% en peso
- 10 R18 > 93% en peso, preferiblemente > 94% en peso
- contenido en hemicelulosa < 3% en peso.
- 15 2. Separador de batería según la reivindicación 1, en el que el valor R10, el valor R18 y el contenido en hemicelulosa de las fibras de lyocell son tal como sigue:
- R10 > 89% en peso
- R18 > 97% en peso
- 20 contenido en hemicelulosa < 2% en peso.
- 25 3. Separador de batería según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el separador comprende una mezcla de fibras de lyocell que presentan los valores R10, valores R18 y contenido en hemicelulosa definidos en la reivindicación 1 ó 2.
- 30 4 Separador de batería según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la cantidad de dichas fibras de lyocell en el separador es de desde el 1% hasta el 100%, preferiblemente el 15% o más, el 25% o más, el 40% o más, o el 50% o más.
- 35 5. Separador de batería según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque presenta una reducción de peso en KOH, tal como se describe en la descripción, de < 6,0%, preferiblemente el 5,5% o menos, más preferiblemente el 5% o menos, lo más preferiblemente el 4% o menos.
6. Separador de batería según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque presenta una reducción de área en KOH, tal como se describe en la descripción, de < 4,5%, preferiblemente el 3,5% o menos, lo más preferiblemente el 2% o menos.
- 40 7. Separador de batería según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque presenta una permeabilidad al aire Frazier, que se determina según la norma JIS 1096-6,27, de < 50 cm³/cm²/s, preferiblemente de 20 cm³/cm²/s, lo más preferido de desde 3,5 cm³/cm²/s hasta 15 cm³/cm²/s.
- 45 8. Uso de una fibra celulósica del género lyocell, presentando dicha fibra los siguientes valores para R10 y R18, que se determinan según la norma DIN 54355, y contenido en hemicelulosa:
- un valor para R10 > 83% en peso, preferiblemente > 84% en peso
 - un valor para R18 > 93% en peso, preferiblemente > 94% en peso
 - un contenido en hemicelulosa < 3% en peso, en un separador de batería.
- 50 9. Batería, preferiblemente batería alcalina, que comprende el separador de batería según cualquiera de las reivindicaciones 1-7.

FIGURA 1

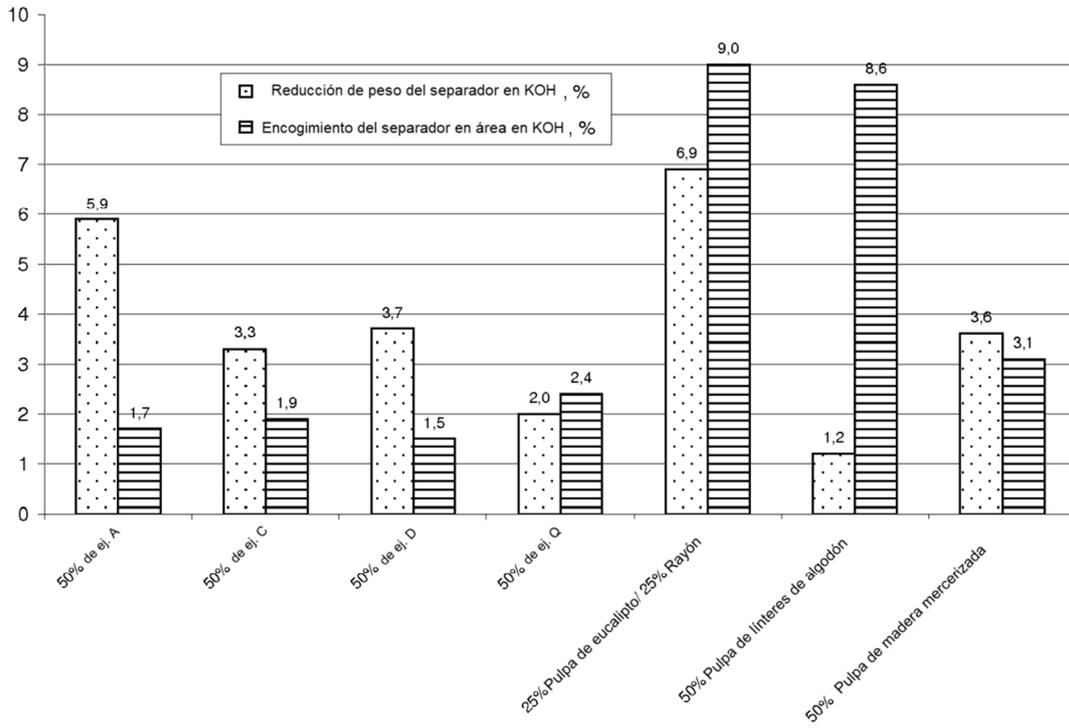


FIGURA 2

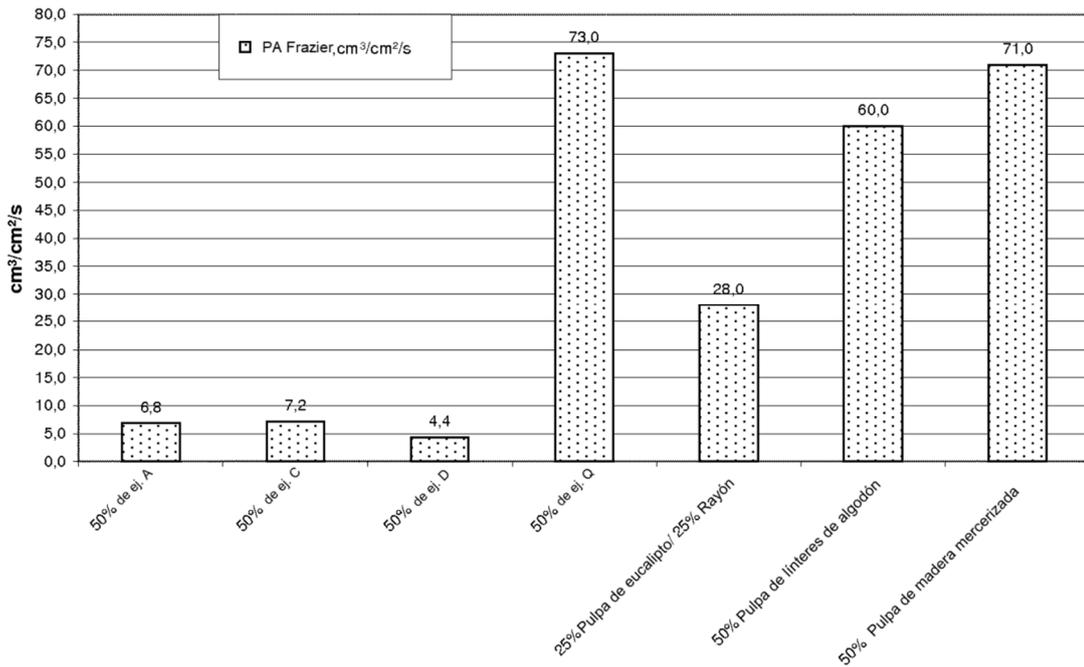


FIGURA 3

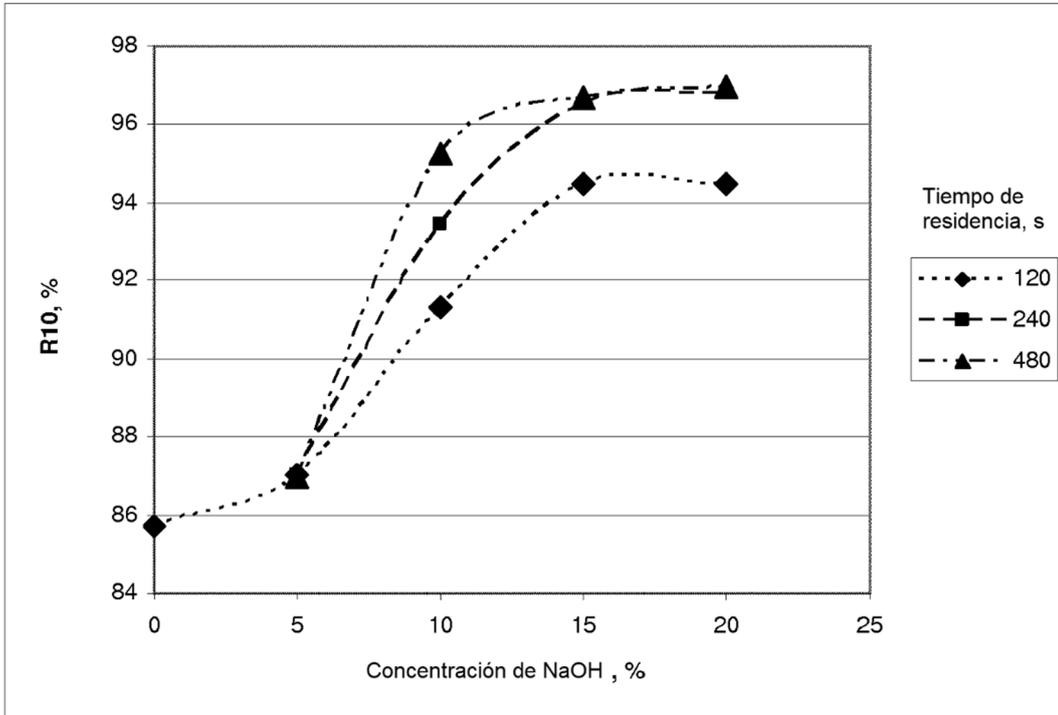


FIGURA 4

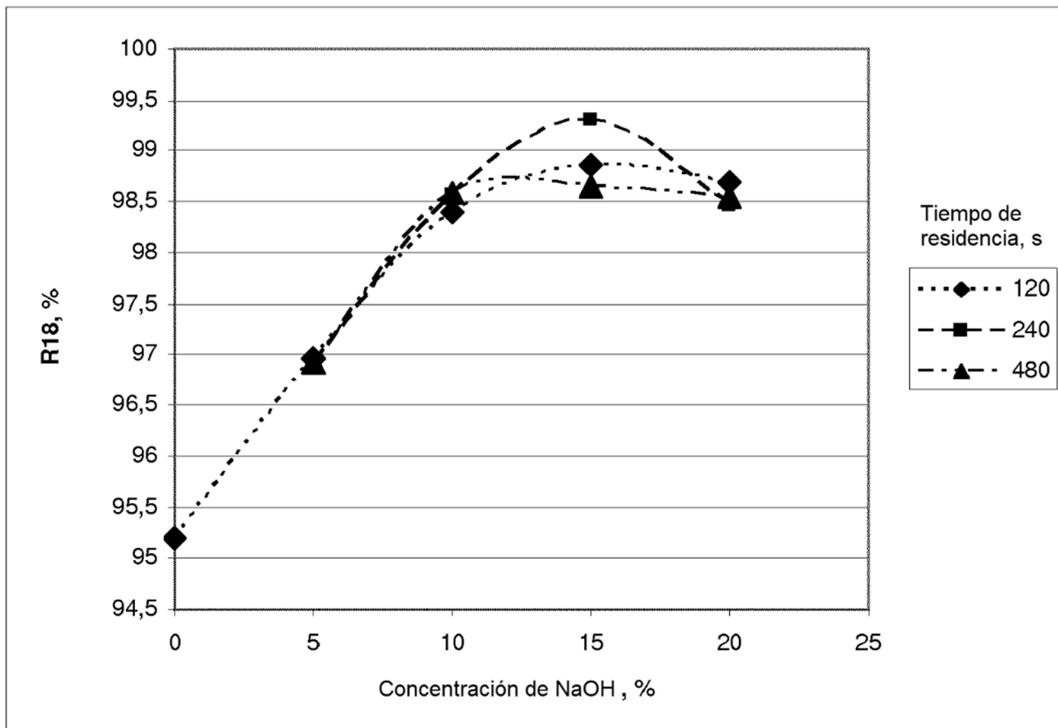


FIGURA 5

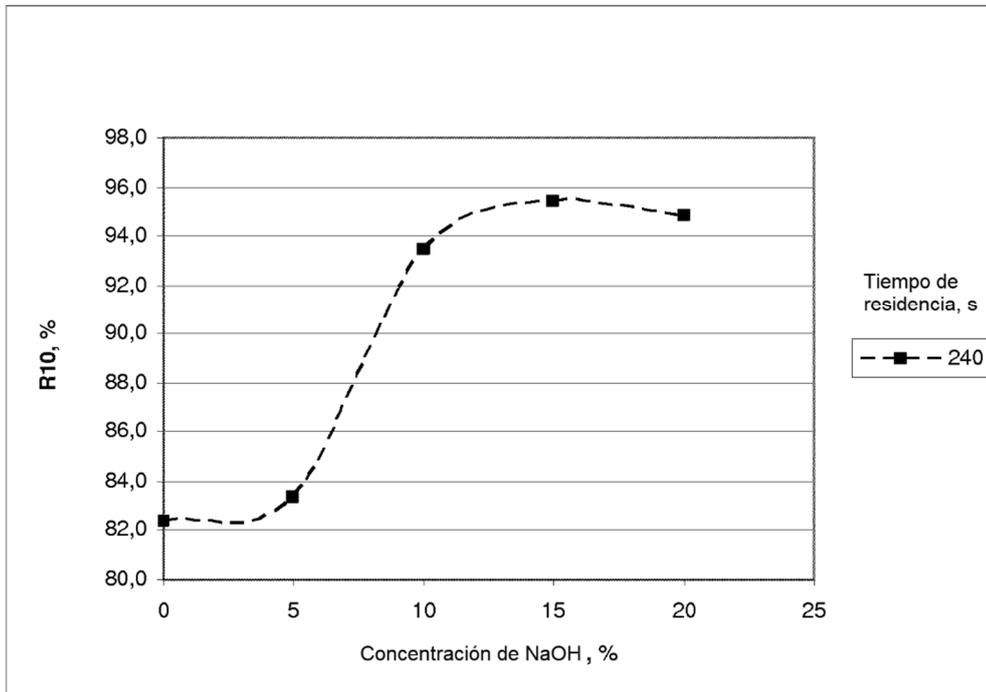


FIGURA 6

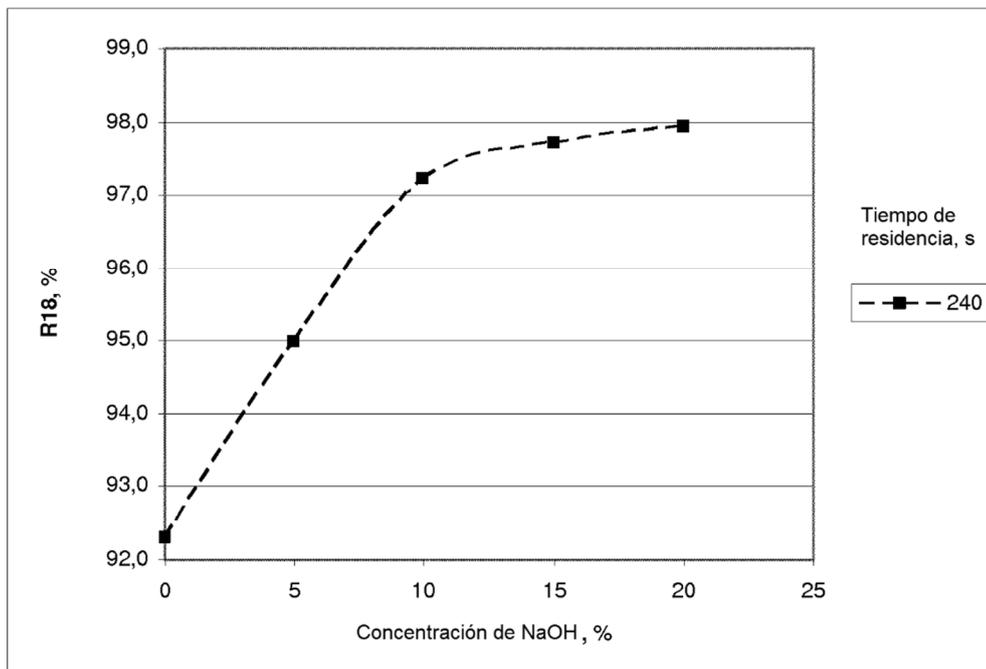


FIGURA 7

