



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0030603

(51)⁷ H01M 4/20

(13) B

(21) 1-2017-00198

(22) 10/07/2014

(86) PCT/JP2014/068445 10/07/2014

(87) WO2016/006080 14/01/2016

(45) 25/12/2021 405

(43) 25/05/2017 350A

(73) HITACHI CHEMICAL COMPANY, LTD. (JP)

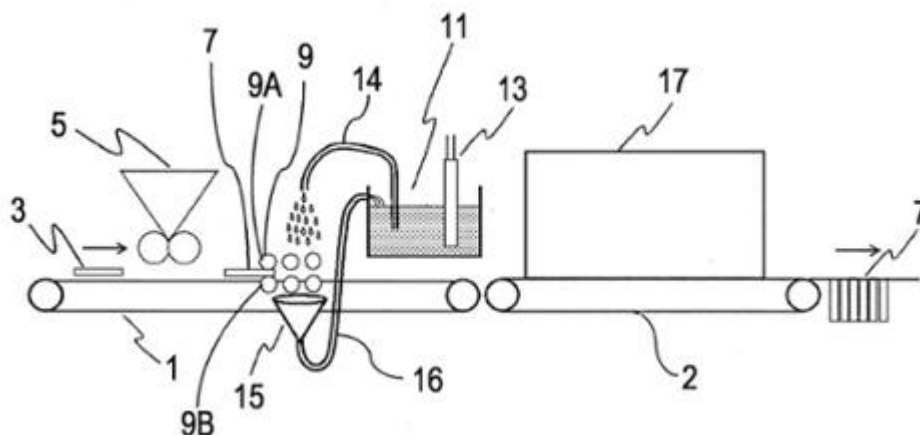
9-2, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-6606, Japan

(72) KARITANI Kenji (JP); OBATA Atsushi (JP); MIWA Yoshiki (JP); TAMANO Takahiro (JP).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT ĐIỆN CỰC ẮC QUY AXIT-CHÌ

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất điện cực ắc quy axit-chì nhằm ngăn không cho bề mặt điện cực bị rạn nứt hoặc phá vỡ. Phương pháp này bao gồm các bước điền đầy vật liệu hoạt tính (7), ép, và hoá già và sấy khô. Ở bước điền đầy vật liệu hoạt tính (7), vật liệu hoạt tính dạng bột nhão được điền đầy lên trên lớp nền dạng lưới (3) làm bằng hợp kim chì để tạo ra điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7). Ở bước ép, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7) được ép. Ở bước hoá già và sấy khô, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7) mà đã được ép ở bước ép được hoá già và sấy khô để thu được điện cực mà không được chuyển hoá hoá học. Phương pháp này còn có các bước xử lý bằng axit sulfuric và sấy khô sơ bộ. Ở bước xử lý bằng axit sulfuric, bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7) được xử lý bằng axit sulfuric cần được điều chỉnh đến nhiệt độ cao hơn nhiệt độ bình thường. Ở bước sấy khô sơ bộ, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7), điện cực này đã được xử lý bằng axit sulfuric ở bước xử lý bằng axit sulfuric, được sấy khô sơ bộ trước khi điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7) được hoá già ở bước hoá già và sấy khô.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất điện cực ắc quy axit-chì, và cụ thể hơn sáng chế đề cập đến phương pháp điền đầy vật liệu hoạt tính dạng bột nhão lên trên lớp nền dạng lưới để tạo ra điện cực đã chưa được chuyển hoá hoá học.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong số các ắc quy nạp lại được vốn thường được dùng, các ắc quy axit-chì là có lợi về giá thành và mức độ an toàn. Một số loại điện cực dùng cho các ắc quy axit-chì, như loại được phủ và loại bột nhão, là có sẵn. Cụ thể hơn, các điện cực thuộc loại dán có thể được sản xuất với năng suất cao và chi phí tương đối thấp, và được dùng trong các ắc quy axit-chì nhằm nhiều mục đích. Các điện cực thuộc loại dán dùng cho các ắc quy axit-chì được chế tạo bằng cách điền đầy vật liệu hoạt tính dạng bột nhão lên trên lớp nền dạng lưới làm bằng hợp kim chì và điện cực đã được điền đầy vật liệu hoạt tính phải được hoá già và sấy khô.

JP 04-2053 A (tài liệu sáng chế 1) bộc lộ phương pháp sản xuất điện cực dương dùng cho ắc quy axit-chì. Theo phương pháp này, vật liệu hoạt tính dạng bột nhão, mà bột chì đỏ đã được bổ sung vào đó, được điền đầy lên trên lớp nền dạng lưới, và sau đó bề mặt của điện cực dương được cho phản ứng bằng axit sulfuric có nồng độ khoảng 10% khối lượng hoặc lớn hơn và 60% khối lượng hoặc nhỏ hơn để được chuyển hoá thành chì sulfat, do đó duy trì thời lượng sử dụng của vật liệu hoạt tính cực dương và ngăn chặn việc giảm các đặc tính theo chu kỳ.

JP 09-92269 A (tài liệu sáng chế 2) bộc lộ phương pháp sản xuất điện cực dùng cho ắc quy axit-chì. Theo phương pháp này, điện cực, được tạo ra bằng cách điền đầy vật liệu hoạt tính lên trên lớp nền dạng lưới, được cho đi qua giữa cặp con lăn thấm ướt có axit sulfuric loãng trên các bề mặt của chúng, do đó ngăn không cho bề mặt điện cực bị rạn nứt ở bước sấy khô sau đó.

Theo các phương pháp đã được bộc lộ trong các tài liệu sáng chế 1 và 2, nhiệt độ của axit sulfuric trong quá trình axit sulfuric tác dụng vào vật liệu hoạt tính trên bề mặt điện cực và các thay đổi theo mùa và thay đổi theo thời gian trong ngày về nhiệt độ môi trường đã không được tính đến. Do vậy, thời gian cần để tạo ra lớp chì sulfat trên bề mặt điện cực được thay đổi theo thời gian làm việc trong ngày, điều này tạo ra các thay đổi về mật độ và độ dày của lớp chì sulfat. Do vậy, việc sấy khô sơ bộ hoặc sấy khô ban đầu có thể được thực hiện tùy thuộc vào môi trường sản xuất. Tuy nhiên, cần phải thường xuyên điều chỉnh nhiệt độ trong lò sấy khô sơ bộ (lò sấy khô ban đầu) hoặc đặt lại thời gian cần cho điện cực đi qua lò nhằm ngăn chặn các thay đổi này. Nếu mật độ hoặc độ dày của lớp chì sulfat đã được tạo ra trên bề mặt điện cực là không đổi, thì bề mặt điện cực có thể bị rạn nứt hoặc phá vỡ. Sự rạn nứt và phá vỡ bề mặt điện cực sẽ dễ nhìn thấy nếu việc sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu) được thực hiện. Với các phương pháp được bộc lộ trong các tài liệu sáng chế 1 và 2, các điện cực có thể dính vào nhau khi các điện cực được hoá già và sấy khô với các bề mặt điện cực quay mặt vào nhau, và vật liệu hoạt tính có thể rời ra khi các điện cực dính vào nhau được tách ra khỏi nhau.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất điện cực ắc quy axit-chì nhằm ngăn không cho bề mặt điện cực bị rạn nứt hoặc phá vỡ.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất điện cực ắc quy axit-chì mà nhờ đó các điện cực không dễ dính vào nhau trong quá trình sản xuất.

Mục đích khác nữa của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất điện cực nhằm cho phép tăng dung lượng ban đầu của ắc quy axit-chì.

Sáng chế nhằm mục đích cải tiến phương pháp sản xuất điện cực ắc quy axit-chì. Phương pháp này bao gồm các bước điền đầy vật liệu hoạt tính, ép, và hoá già và sấy khô. Trước hết, ở bước điền đầy vật liệu hoạt tính, vật liệu hoạt tính dạng bột nhão được điền đầy (hoặc được dán) lên trên lớp nền dạng lưới làm bằng hợp

kim chì để tạo ra điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính. Thuật ngữ "điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính" có nghĩa là điện cực không được hoá già hoặc sấy khô, trái ngược với điện cực chưa được chuyển hoá hoá học (điện cực không được chuyển hoá hoá học), điện cực này đã được hoá già và sấy khô như được mô tả dưới đây.

Ở bước ép, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính, đã được chế tạo ở bước điền đầy vật liệu hoạt tính, được ép. Quy trình ép có thể được thực hiện theo cách tùy ý, nhưng dùng máy cán ép như được mô tả dưới đây sẽ tạo điều kiện thuận lợi cho quy trình ép.

Ở bước hoá già và sấy khô, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính, vật liệu này đã được ép ở bước ép, được hoá già và sấy khô để thu được điện cực, điện cực này không được chuyển hoá hoá học. Sau đó, điện cực chưa được chuyển hoá hoá học, điện cực này đã được hoá già và sấy khô, phải được chuyển hoá hoá học để thu được điện cực axit-chì.

Phương pháp sản xuất theo sáng chế còn có các bước xử lý bằng axit sulfuric và sấy khô sơ bộ. Ở bước xử lý bằng axit sulfuric, bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính, đã được chế tạo ở bước điền đầy vật liệu hoạt tính, được xử lý bằng axit sulfuric cần được điều chỉnh đến nhiệt độ cao hơn nhiệt độ bình thường. Các tinh thể chì sulfat được tạo ra trên bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính, điện cực này đã được xử lý bằng axit sulfuric do phản ứng giữa vật liệu hoạt tính dạng bột nhão đã được điền đầy lên trên lớp nền dạng lưới và axit sulfuric. "Nhiệt độ bình thường" vào khoảng 25°C. Việc xử lý bằng axit sulfuric có thể được thực hiện theo cách tùy ý. Phương pháp bất kỳ có thể được áp dụng với điều kiện là các tinh thể chì sulfat có thể được tạo ra trên bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính. Bước xử lý bằng axit sulfuric có thể được thực hiện vào thời điểm bất kỳ sau bước điền đầy vật liệu hoạt tính nhưng trước bước ép, hoặc trong quá trình thực hiện bước ép, hoặc vào thời điểm bất kỳ sau bước ép nhưng trước bước sấy khô sơ bộ, được mô tả dưới đây.

Ở bước sấy khô sơ bộ, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính, điện cực này đã được xử lý bằng axit sulfuric ở bước xử lý bằng axit sulfuric, được sấy khô sơ bộ. Việc sấy khô sơ bộ được dùng để sấy khô sơ bộ điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính trước khi nó được hoá già ở bước hoá già và sấy khô sau đó. Nói cách khác, việc sấy khô sơ bộ còn được gọi là "việc sấy khô ban đầu" trái với sấy khô sau khi hoá già. Ở bước sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu), nước còn dư trên bề mặt vật liệu hoạt tính được loại bỏ, và các tinh thể chì sulfat được tạo ra bởi phản ứng hoá học giữa axit sulfuric và vật liệu hoạt tính được phát triển để tạo ra lớp chì sulfat thích hợp. Việc điều chỉnh nhiệt độ đối với lò sấy khô, thời gian sấy khô, và phương pháp sấy khô là các yếu tố quan trọng. Nếu nhiệt độ sấy khô sơ bộ là quá cao, thì nước chứa trong vật liệu hoạt tính dạng bột nhão bị bay hơi quá mức, do đó cản trở phản ứng hoá học ở bước hoá già và sấy khô sau đó. Trái lại, nếu nhiệt độ sấy khô sơ bộ là quá thấp, thì sẽ tốn thời gian để đạt được trạng thái sấy khô thích hợp, do đó làm giảm hiệu quả sản xuất. Việc sấy khô sơ bộ được thực hiện bằng cách làm nóng bên trong lò sấy khô. Bên trong lò sấy khô được làm nóng nhờ dùng bộ sấy điện hoặc không khí nóng. Nếu bộ sấy điện được dùng, thì nhiệt độ của vật liệu hoạt tính dạng bột nhão điền đầy trên điện cực được tăng một cách đột ngột, và do vậy khó để duy trì một cách thích hợp lượng nước chứa trong vật liệu hoạt tính dạng bột nhão và điều chỉnh bên trong lò sấy khô đến nhiệt độ thích hợp để tạo ra lớp chì sulfat. Nếu lò sấy khô được làm nóng nhờ dùng không khí nóng, thì bề mặt vật liệu hoạt tính cũng được sấy khô bởi không khí, và do vậy lượng nước chứa trong vật liệu hoạt tính dạng bột nhão có thể được giữ ở mức xác định ngay cả khi nhiệt độ của không khí nóng được đặt ở mức thấp. Do vậy, việc sấy khô nhờ dùng không khí nóng khiến cho tương đối dễ tạo ra lớp chì sulfat trên bề mặt vật liệu hoạt tính và loại bỏ nước trên bề mặt vật liệu hoạt tính đến mức độ mà vật liệu hoạt tính trên bề mặt không bị rời ra.

Bằng cách dùng phương pháp sản xuất theo sáng chế, có thể ngăn không cho bề mặt của điện cực, điện cực này không được chuyển hoá hoá học bị rạn nứt hoặc

phá vỡ. Đặc biệt là, ngay cả khi việc sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu) được thực hiện, có thể ngăn không cho bề mặt của điện cực điển đầy vật liệu hoạt tính bị rạn nứt hoặc phá vỡ. Hơn nữa, khi các điện cực điển đầy vật liệu hoạt tính được bố trí để quay mặt vào nhau ở bước hoá giả và sấy khô, thì các vật liệu hoạt tính không dễ dàng đánh vào nhau khi các bề mặt của các điện cực điển đầy vật liệu hoạt tính liên tục tiếp xúc với nhau. Ngay cả khi các vật liệu hoạt tính đánh vào nhau, thì các vật liệu hoạt tính này có thể được ngăn không cho rời ra khi các vật liệu hoạt tính đánh vào nhau được tách ra khỏi nhau. Bằng cách xử lý bề mặt của điện cực điển đầy vật liệu hoạt tính bằng axit sulfuric có nhiệt độ cao hơn nhiệt độ bình thường như theo sáng chế, sự tiến triển của phản ứng giữa bề mặt (vật liệu hoạt tính dạng bột nhão) của điện cực điển đầy vật liệu hoạt tính và axit sulfuric có thể được tăng tốc ngay cả khi có các thay đổi theo mùa và thay đổi theo thời gian trong ngày về nhiệt độ môi trường (cụ thể hơn, khi nhiệt độ môi trường nằm trong khoảng bằng hoặc thấp hơn nhiệt độ bình thường). Kết quả là, các tinh thể chì sulfat có độ kết tinh thể cao được tạo ra trên bề mặt của điện cực điển đầy vật liệu hoạt tính để tạo ra lớp chì sulfat đồng đều. Lớp chì sulfat đã được tạo ra như vậy có cấu trúc tinh thể bền vững so với bề mặt của vật liệu hoạt tính ngay sau khi được điển đầy lên trên lớp nền dạng lưới, và do vậy được coi như là tạo ra hiệu quả nêu trên.

Tốt hơn là, nhiệt độ của axit sulfuric dùng ở bước xử lý bằng axit sulfuric được điều chỉnh để nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C. Nếu bề mặt của điện cực điển đầy vật liệu hoạt tính được xử lý bằng axit sulfuric được điều chỉnh đến khoảng nhiệt độ này, lượng chì sulfat đã được tạo ra và sự phát triển của các tinh thể không thay đổi đáng kể và phản ứng tiến triển nhanh so với khi bề mặt của điện cực điển đầy vật liệu hoạt tính được xử lý bằng axit sulfuric có nhiệt độ bình thường. Do vậy, có thể thu được điện cực, bề mặt của nó không dễ bị rạn nứt hoặc phá vỡ, ngay cả khi nhiệt độ sấy khô ở bước sấy khô sơ bộ sau đó được đặt ở mức thấp so với nhiệt độ dùng trong các giải pháp kỹ thuật đã biết và thời gian sấy khô được đặt ngắn hơn. Nếu nhiệt độ của axit sulfuric dùng để xử lý bề mặt của điện cực điển đầy

vật liệu hoạt tính cao hơn 60°C , thì các tinh thể chì sulfat lớn hơn được kết tủa trên bề mặt điện cực, do đó làm chậm phản ứng hoá già. Do vậy, dung lượng của ắc quy axit-chì có xu hướng nhỏ hơn. Nếu nhiệt độ của axit sulfuric thấp hơn 40°C , các tinh thể chì sulfat mịn được kết tủa một cách dễ dàng trên bề mặt điện cực. Các tinh thể này cản trở sự thấm qua và khuếch tán của chất điện phân từ bề mặt điện cực vào vật liệu hoạt tính khi ắc quy axit-chì đang được dùng, điều này có xu hướng làm giảm dung lượng của ắc quy axit-chì.

Tốt hơn là, trọng lượng riêng của axit sulfuric dùng ở bước xử lý bằng axit sulfuric được điều chỉnh để nằm trong khoảng từ 1,10 đến 1,30 ở nhiệt độ khoảng 20°C . Nếu trọng lượng riêng của axit sulfuric cao hơn 1,30, tức là, nếu nồng độ của axit sulfuric ở mức cao, thì các tinh thể chì sulfat mịn được kết tủa, do đó cản trở sự thấm qua và khuếch tán của chất điện phân từ bề mặt vật liệu hoạt tính vào vật liệu hoạt tính. Do vậy, dung lượng của ắc quy axit-chì có xu hướng nhỏ hơn. Nếu trọng lượng riêng của axit sulfuric thấp hơn 1,10, tức là, nếu nồng độ của axit sulfuric ở mức thấp, các tinh thể chì sulfat lớn hơn được kết tủa, do đó làm chậm sự tiến triển của phản ứng hoá già. Do vậy, dung lượng của ắc quy axit-chì có xu hướng nhỏ hơn.

Khi việc sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu) được thực hiện sau khi bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính đã được xử lý bằng axit sulfuric có khoảng nhiệt độ và khoảng trọng lượng riêng đã được điều chỉnh nêu trên, thì độ dày của lớp chì sulfat tạo ra trên bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính nằm trong khoảng từ $100\mu\text{m}$ đến $800\mu\text{m}$. Nói cách khác, bằng cách điều khiển việc xử lý bằng axit sulfuric ở bước xử lý bằng axit sulfuric sao cho lớp chì sulfat tạo ra trên bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính sau khi sấy khô sơ bộ có độ dày nằm trong khoảng từ $100\mu\text{m}$ đến $800\mu\text{m}$, có thể ngăn một cách đáng kể cây không cho bề mặt của điện cực, bề mặt này không được chuyển hoá hoá học, bị rạn nứt hoặc phá vỡ, và cũng ngăn không cho các điện cực được đặt chồng lên nhau dính vào nhau. Tốt hơn là, việc xử lý bằng axit sulfuric ở bước xử lý bằng axit sulfuric được điều

khiến sao cho độ dày của lớp chì sulfat tạo ra trên bề mặt điện cực nằm trong khoảng từ 100 μ m đến 500 μ m. Khi độ dày của lớp chì sulfat nằm trong khoảng từ 100 μ m đến 500 μ m, thì có thể không chỉ ngăn không cho bề mặt của điện cực, bề mặt này không được chuyển hoá hoá học, bị rạn nứt hoặc phá vỡ và ngăn không cho các điện cực được đặt chồng lên nhau dính vào nhau, mà còn duy trì dung lượng của ắc quy.

Nếu độ dày của lớp chì sulfat nằm trong khoảng từ 100 μ m hoặc lớn hơn, thì sẽ không có nước trên bề mặt điện cực, và do vậy coi như là các điện cực không dính vào nhau. Nói cách khác, nếu độ dày của lớp chì sulfat nhỏ hơn 100 μ m, thì lượng nước trên bề mặt điện cực sẽ lớn hơn, điều này sẽ làm cho các điện cực dễ dính vào nhau và có thể ảnh hưởng xấu đến tính năng của ắc quy. Nếu độ dày của lớp chì sulfat lớn hơn 500 μ m, thì tính năng của ắc quy có thể bị ảnh hưởng. Nếu độ dày của lớp chì sulfat lớn hơn 800 μ m, thì tính năng của ắc quy có thể bị ảnh hưởng đáng kể (tức là, trọng lượng riêng của axit sulfuric càng cao, thì lớp chì sulfat sẽ càng dày, điều này có thể làm giảm tính năng của ắc quy).

Tốt hơn là, bước xử lý bằng axit sulfuric được thực hiện ở bước ép. Tức là, tốt hơn nếu việc xử lý bằng axit sulfuric ở bước xử lý bằng axit sulfuric và việc ép ở bước ép được thực hiện đồng thời. Trong trường hợp này, ở bước ép, máy cán ép tạo ra có cặp con lăn được dùng để ép điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính bằng cách khiến cho điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính này đi qua giữa cặp con lăn. Các bề mặt ép của cặp con lăn phải được nhúng chìm trước vào trong axit sulfuric để dùng cho việc xử lý bằng axit sulfuric. Với cách này, khi điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính được cho đi qua giữa cặp con lăn, axit sulfuric được gắn vào bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính. Do vậy, trong khi điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính được ép, bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính được xử lý bằng axit sulfuric.

Như đã nêu trên, nếu bước xử lý bằng axit sulfuric được thực hiện ở bước ép để gắn axit sulfuric vào bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính, thì có thể xử

lý một cách đáng tiếc cậy bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính bằng axit sulfuric mà không cần thay đổi đáng kể dây chuyền sản xuất. Do việc xử lý bằng axit sulfuric được thực hiện đồng thời với việc ép, có thể tạo ra lớp chì sulfat bền vững có độ dày đồng đều trên bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính. Do vậy, có thể ngăn một cách đáng tiếc cậy không cho bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính bị rạn nứt trong quá trình việc sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu), và cũng ngăn không cho các vật liệu hoạt tính dính vào nhau trong quá trình hoá già.

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính được xử lý bằng axit sulfuric cần được điều chỉnh đến nhiệt độ cao hơn nhiệt độ bình thường. Điều đó ngăn không cho bề mặt điện cực này bị rạn nứt hoặc phá vỡ. Nếu các điện cực được bố trí để quay mặt vào nhau trong quy trình hoá già, các điện cực liền kề không dễ dính vào nhau. Ngay cả khi các điện cực dính vào nhau, thì các vật liệu hoạt tính có thể được ngăn không cho rời ra khi các vật liệu hoạt tính được tách ra khỏi nhau.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện quy trình sản xuất điện cực ắc quy axit-chì làm ví dụ theo một phương án thực hiện của sáng chế.

Fig.2 là biểu đồ biểu thị mối quan hệ giữa trọng lượng riêng của axit sulfuric dùng trong việc xử lý bằng axit sulfuric (trọng lượng riêng của axit sulfuric dùng để nhúng chìm) và độ dày của lớp chì sulfat đã được tạo ra trên bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính bằng việc xử lý bằng axit sulfuric (độ dày của lớp xâm nhập vào hoặc được nhúng chìm trong axit sulfuric).

Các hình vẽ từ Fig.3A đến Fig.3C lần lượt là các ảnh chụp hiển vi của mặt cắt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính đã được xử lý bằng axit sulfuric có trọng lượng riêng nằm trong khoảng từ 1,10 đến 1,30, khi được cắt trong vùng lân cận bề mặt của điện cực. Các ảnh chụp hiển vi được chụp bằng cách dùng kính hiển vi luyện kim quang kỹ thuật số và được phóng to ở độ khuếch đại khoảng 100 lần.

Mô tả chi tiết sáng chế

Một phương án thực hiện sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết dưới đây. Fig.1 thể hiện quy trình sản xuất điện cực ắc quy axit-chì làm ví dụ theo phương án thực hiện của sáng chế. Theo ví dụ này, lớp nền dạng lưới 3 được đặt lên trên băng chuyền 1. Lớp nền dạng lưới 3 có thể là lớp nền dạng lưới đúc hoặc lớp nền dạng lưới giãn rộng. Lớp nền dạng lưới chứa chì làm thành phần chính, và cũng có thể chứa thiếc, canxi, antimon, hoặc các kim loại tương tự làm các thành phần bổ sung. Theo ví dụ này, lớp nền dạng lưới làm bằng hợp kim chì chứa canxi và thiếc được dùng. Việc bổ sung canxi có thể làm giảm tốc độ tự phóng điện. Hơn nữa, việc bổ sung thiếc có thể ngăn chặn sự mòn điện cực, điều này có khả năng xảy ra khi canxi được bổ sung.

Vật liệu hoạt tính được điền đầy hoặc được dán lên trên lớp nền dạng lưới 3 đặt trên băng chuyền 1 nhờ dùng dụng cụ rót (hoặc máy dán) 5 để tạo ra điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7 (ở bước điền đầy vật liệu hoạt tính). Vật liệu hoạt tính dạng bột nhão được dùng do nó dễ dàng điền đầy lên trên lớp nền dạng lưới 3 nêu trên. Hợp phần của vật liệu hoạt tính dạng bột nhão không bị giới hạn một cách cụ thể. Tốt hơn là, vật liệu hoạt tính dạng bột nhão được chế tạo bằng cách trộn bột chì chứa chì monoxit, và nước, axit sulfuric, v.v. (thường với các chất phụ gia như các mẫu sợi cacbon, bột cacbon, lignin, bari sulfat, và bột chì đỏ tùy thuộc vào các đặc tính của các điện cực dương và âm). Vật liệu hoạt tính dạng bột nhão được điền đầy lên trên lớp nền dạng lưới theo cách sao cho lưới của lớp nền dạng lưới 3 được phủ hoàn toàn với lượng ít nhất. Tốt hơn là, vật liệu hoạt tính dạng bột nhão được điền đầy theo cách sao cho lượng mà độ dày của vật liệu hoạt tính dạng bột nhão đạt đến hoặc vượt quá độ dày của khung ở phần theo chu vi ngoài cùng của lớp nền dạng lưới 3.

Điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7, điện cực này đã được chế tạo bằng cách điền đầy vật liệu hoạt tính dạng bột nhão lên trên lớp nền dạng lưới 3, được tạo

hình dạng bằng cách ép (ở bước ép). Theo ví dụ này, máy cán ép 9 tạo ra có cặp con lăn 9A và 9B được dùng. Đặc biệt là, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7 được cho đi qua khe hở giữa cặp con lăn 9A và 9B của máy cán ép 9 để ép. Cặp con lăn 9A và 9B, mỗi cặp có thể có ít nhất một con lăn. Theo ví dụ này, để cho vật liệu hoạt tính dạng bột nhão được ép đủ để được điền đầy trên lớp nền, cặp con lăn 9A và 9B, mỗi cặp có ba con lăn như thể hiện trên Fig.1.

Theo ví dụ này, bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7 được xử lý bằng axit sulfuric cần được điều chỉnh đến nhiệt độ cao hơn nhiệt độ bình thường (ở bước xử lý bằng axit sulfuric). Axit sulfuric được chứa trong thùng axit sulfuric 11 làm bằng nhựa như polypropylen hoặc polyetylen, nhựa này chịu được hoá chất, hoặc làm bằng nhựa hoặc kim loại được phủ nhựa flo. Axit sulfuric trong thùng axit sulfuric 11 được làm nóng đến nhiệt độ định trước bởi thiết bị làm nóng 13. Thiết bị làm nóng 13 này có bộ sấy bằng thủy tinh silic oxit. Bộ sấy bằng thủy tinh silic oxit được nhúng chìm vào trong thùng axit sulfuric 11 để làm nóng axit sulfuric. Nhiệt độ của axit sulfuric được đo nhờ dùng cặp nhiệt độ K, không được thể hiện trên hình vẽ, cặp nhiệt độ này được phủ nhựa flo. Bộ chỉ báo bằng tín hiệu thể hiện nhiệt độ đo được được truyền đến bộ điều khiển nhiệt độ, không được thể hiện trên hình vẽ, nhằm điều khiển nhiệt độ của bộ sấy bằng thủy tinh silic oxit. Theo ví dụ này, dung lượng của thùng axit sulfuric 11 khoảng 2m^3 , và ba bộ sấy bằng thủy tinh silic oxit 13 với dung lượng bộ sấy khoảng 2kW được dùng. Do thiết bị làm nóng 13, các bộ sấy được phủ nhựa flo, có thể được dùng thay cho các bộ sấy bằng thủy tinh silic oxit được mô tả trên đây. Theo ví dụ này, axit sulfuric được làm nóng đến nhiệt độ cao hơn nhiệt độ bình thường như đã nêu trên.

Theo ví dụ này, dụng cụ đo trọng lượng riêng, không được thể hiện trên hình vẽ, được dùng để đo trọng lượng riêng của axit sulfuric. Các bình dự trữ, không được thể hiện trên hình vẽ, chứa axit sulfuric cô đặc và nước tinh khiết được nối với thùng axit sulfuric 11. Các van mở-đóng dùng cho các bình dự trữ được điều khiển để duy trì trọng lượng riêng định trước của axit sulfuric.

Theo ví dụ này, bước xử lý bằng axit sulfuric được thực hiện ở bước ép. Tức là, bước xử lý bề mặt của điện cực điển đầy vật liệu hoạt tính 7 bằng axit sulfuric được thực hiện cùng với bước ép điện cực điển đầy vật liệu hoạt tính 7. Trong trường hợp này, các bề mặt ép của cặp con lăn phải được nhúng chìm trước vào trong axit sulfuric có nhiệt độ cao hơn nhiệt độ bình thường để dùng cho việc xử lý bằng axit sulfuric. Đặc biệt là, axit sulfuric được bơm từ thùng axit sulfuric 11 bởi bơm chịu axit, không được thể hiện trên hình vẽ. Sau đó, axit sulfuric đã được bơm được truyền nhờ dùng ống 14, và rơi xuống lên trên các bề mặt ép của máy cán ép 9 (cặp con lăn 9A và 9B) để thấm các bề mặt ép bằng axit sulfuric. Các bề mặt ép có thể được phủ vải để thấm các bề mặt ép của cặp con lăn 9A và 9B bằng axit sulfuric. Vật liệu xốp hoặc vật liệu tương tự có thể được dùng để giữ đủ lượng axit sulfuric. Ví dụ, cao su flo, vật liệu xốp từ polyetylen cao phân tử, vật liệu xốp thiêu kết từ nhựa flo, hoặc các vật liệu tương tự có thể được dùng. Theo ví dụ này, các bề mặt theo chu vi của cặp con lăn, cặp con lăn này lần lượt được bố trí ở các vị trí bên trên và bên dưới, được phủ vải dệt làm bằng polyeste.

Bơm bao gồm phương tiện điều khiển để điều chỉnh tốc độ dòng chảy của axit sulfuric nhằm điều khiển lượng xả khi thích hợp. Đặc biệt là, lượng xả được điều khiển để thay đổi được trong khoảng từ $1\text{dm}^3/\text{phút}$ đến $10\text{dm}^3/\text{phút}$ bởi bộ điều khiển, không được thể hiện trên hình vẽ. Theo ví dụ này, bơm thụ hút chịu axit được dùng, và lượng xả được đặt khoảng $5\text{dm}^3/\text{phút}$. Thùng axit sulfuric 11 được điều khiển sao cho trọng lượng riêng của axit sulfuric nằm trong khoảng định trước. Lượng chất lỏng của axit sulfuric trong thùng axit sulfuric 11 được điều khiển đến khoảng định trước bởi đồng hồ đo mức chất lỏng, không được thể hiện trên hình vẽ.

Như đã nêu trên, axit sulfuric được rơi xuống lên trên các bề mặt ép của máy cán ép 9 (cặp con lăn 9A và 9B) để thấm các bề mặt ép của cặp con lăn 9A và 9B bằng axit sulfuric. Ở trạng thái này, điện cực điển đầy vật liệu hoạt tính 7 được cho đi qua khe hở giữa cặp con lăn 9A và 9B. Do vậy, axit sulfuric, mà các bề mặt ép thấm nó, được gắn vào bề mặt của điện cực điển đầy vật liệu hoạt tính 7 trong khi

điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7 đang được ép. Nói cách khác, các tinh thể chì sulfat có thể được tạo ra trên bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7 trong khi quy trình ép cải thiện tính năng điền đầy của vật liệu hoạt tính dạng bột nhão lên trên điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7.

Một phần của axit sulfuric rơi xuống lên trên các bề mặt ép của máy cán ép 9 (cặp con lăn 9A và 9B) không được gắn vào bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7. Axit sulfuric này (bao gồm axit sulfuric không được thấm vào trong cặp con lăn 9A và 9B) được rơi xuống vào trong thùng thu hồi axit sulfuric 15, và được thu hồi và cấp đến thùng axit sulfuric 11 thông qua ống 16 bởi bơm thụt hút chịu axit, không được thể hiện trên hình vẽ, có khả năng điều chỉnh lượng xả.

Chất cặn không mong muốn như vật liệu hoạt tính và chì sulfat có trong axit sulfuric thu hồi được. Do vậy, bộ lọc có thể được tạo ra trong thùng thu hồi axit sulfuric 15 nhằm loại bỏ chất cặn này. Chất cặn trong axit sulfuric có trọng lượng riêng cao, và được kết tủa ở phần đáy của thùng axit sulfuric 11. Do vậy, axit sulfuric có thể được bơm từ vùng lân cận bề mặt chất lỏng của thùng axit sulfuric 11 và được cấp đến máy cán ép 9.

Điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7, điện cực này đã phải được ép và việc xử lý bằng axit sulfuric, được sấy khô sơ bộ (ở bước sấy khô sơ bộ) trước khi được hoá già và sấy khô. Đặc biệt là, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7, điện cực này đã được ép và gắn bằng axit sulfuric đồng thời như thể hiện trên Fig.1, được cho đi qua lò sấy khô sơ bộ 17 tạo ra trên băng chuyền 2, lò này nằm liền kề với băng chuyền 1. Theo ví dụ này, lò sấy khô bằng không khí nóng tuần hoàn được dùng làm lò sấy khô sơ bộ 17. Nhiệt độ trong lò được điều chỉnh để nằm trong khoảng từ 100°C đến 150°C, thời gian sấy khô được đặt nằm trong khoảng từ 15 giây đến 25 giây, và lượng nước chứa trong vật liệu hoạt tính dạng bột nhão được đặt nằm trong khoảng từ 8% đến 11% khối lượng.

Điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7, điện cực này đã phải được sấy khô sơ bộ, được hoá già và sấy khô dưới các điều kiện định trước như được mô tả dưới đây

(ở bước hoá già và sấy khô). Sau đó, thu được điện cực, điện cực này không được chuyển hoá hoá học.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ của sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết dưới đây.

Việc chế tạo vật liệu hoạt tính cực dương dạng bột nhão

1000kg bột chì chứa chì monoxit làm thành phần chính và 2kg các sợi PET [độ mảnh: 2,0D (đoniê); chiều dài sợi: 3,0mm] được trộn. Nước được bổ sung vào hỗn hợp. Sau đó, chất sền sệt, được tạo ra bằng cách bổ sung 300kg bột chì đỏ vào 200kg axit sulfuric loãng (trọng lượng riêng: 1,260 ở nhiệt độ khoảng 20°C) và khuấy trộn chúng, được bổ sung vào hỗn hợp, và hỗn hợp thu được được trộn để tạo ra vật liệu hoạt tính cực dương dạng bột nhão.

Lượng nước cần được bổ sung được điều chỉnh sao cho độ cứng của vật liệu hoạt tính dạng bột nhão là không đổi khi tính đến tính năng điền đầy vật liệu hoạt tính dạng bột nhão lên trên lớp nền dạng lưới.

Việc chế tạo điện cực dương

Vật liệu hoạt tính cực dương dạng bột nhão đã được chế tạo bằng phương pháp nêu trên được điền đầy lên trên lớp nền dạng lưới 3 để tạo ra điện cực dương dạng bột nhão, điện cực này không được chuyển hoá hoá học. Tức là, vật liệu hoạt tính cực dương dạng bột nhão được điền đầy lên trên lớp nền dạng lưới đúc làm bằng hợp kim chì-canxi có dạng lưới có chiều dài khoảng 240mm, chiều rộng khoảng 140mm, và độ dày khoảng 4,3mm sao cho điện cực có độ dày khoảng 4,4mm. Sau đó, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7 được cho đi qua giữa cặp con lăn 9A và 9B trong khi axit sulfuric có nhiệt độ và trọng lượng riêng đã được đặt đến các trị số định trước, được rơi liên tục xuống lên trên các bề mặt ép của máy cán ép (cặp con lăn). Sau đó, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7 được sấy khô trong khoảng thời gian 20 giây trong lò sấy khô bằng không khí nóng tuần hoàn (lò sấy khô sơ bộ) 17 ở nhiệt độ được điều chỉnh đến 130°C để sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu).

Sau đó, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính 7 được hoá già và sấy khô dưới các điều kiện sau để tạo ra điện cực dương dạng bột nhão, điện cực này không được chuyển hoá hoá học.

Khoảng thời gian nghỉ thứ nhất: từ bốn đến tám giờ ở nhiệt độ môi trường ở 75°C to 85°C và ở độ ẩm tương đối nằm trong khoảng từ 95% đến 98%

Khoảng thời gian nghỉ thứ hai: 20 giờ hoặc lâu hơn ở nhiệt độ môi trường nằm trong khoảng từ 50°C đến 65°C và ở độ ẩm tương đối khoảng 50% hoặc lớn hơn

Sấy khô: 24 giờ hoặc lâu hơn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 55°C đến 65°C
Việc chế tạo vật liệu hoạt tính âm dạng bột nhão

900kg bột chì chứa chì monoxit làm thành phần chính và 2,7kg các sợi PET [độ mảnh: 2,0D (đonit); chiều dài sợi: 3,0mm], 4,5kg bari sulfat, và 1,8kg lignin được trộn. Nước được bổ sung vào hỗn hợp. Sau đó, 100kg axit sulfuric loãng được bổ sung vào hỗn hợp, và hỗn hợp thu được được trộn để tạo ra vật liệu hoạt tính âm dạng bột nhão.

Lượng nước cần được bổ sung được điều chỉnh sao cho độ cứng của vật liệu hoạt tính dạng bột nhão là không đổi khi tính đến tính năng điền đầy vật liệu hoạt tính dạng bột nhão lên trên lớp nền dạng lưới.

Việc chế tạo điện cực âm

Vật liệu hoạt tính âm dạng bột nhão đã được chế tạo bằng phương pháp nêu trên được điền đầy lên trên lớp nền dạng lưới để tạo ra điện cực âm dạng bột nhão, điện cực này không được chuyển hoá hoá học. Tức là, vật liệu hoạt tính âm dạng bột nhão được điền đầy lên trên lớp nền dạng lưới đúc làm bằng hợp kim chì-canxi có dạng lưới có chiều dài khoảng 240mm, chiều rộng khoảng 140mm, và độ dày khoảng 2,5mm sao cho điện cực có độ dày khoảng 2,6mm. Sau đó, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính được cho đi qua giữa các con lăn trong khi axit sulfuric có nhiệt độ và trọng lượng riêng đã được đặt đến các trị số định trước, được rơi liên tục xuống lên trên các bề mặt ép của các con lăn. Sau đó, điện cực điền đầy vật liệu

hoạt tính được sấy khô trong khoảng thời gian 20 giây trong lò sấy khô bằng không khí nóng tuần hoàn ở nhiệt độ được điều chỉnh đến 130°C để sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu).

Sau đó, điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính được hoá già và sấy khô dưới các điều kiện sau để tạo ra điện cực âm dạng bột nhão, điện cực này không được chuyển hoá hoá học.

Khoảng thời gian nghỉ thứ nhất: 24 giờ ở nhiệt độ môi trường nằm trong khoảng từ 37°C đến 43°C và ở độ ẩm tương đối nằm trong khoảng từ 92% đến 98%

Khoảng thời gian nghỉ thứ hai: 16 giờ hoặc lâu hơn ở nhiệt độ môi trường nằm trong khoảng từ 37°C đến 43°C và ở độ ẩm tương đối khoảng 50% hoặc lớn hơn

Sấy khô: 8 giờ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 35°C đến 45°C, và 12 giờ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 65°C đến 75°C

Các ví dụ từ 1 đến 5 và ví dụ so sánh 1

Axit sulfuric được gắn vào các bề mặt của điện cực dương và điện cực âm được mô tả trên đây trong khi thay đổi nhiệt độ và trọng lượng riêng của axit sulfuric cần được rơi xuống lên trên các bề mặt ép của các con lăn như được biểu thị trong bảng 1. Sau đó, các điện cực phải được sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu), và hoá già và sấy khô để thu được các điện cực, các điện cực này không được chuyển hoá hoá học. Cần kiểm tra xem các điện cực có bị dính vào nhau hay không. Dung lượng ban đầu của ắc quy axit-chì được lắp ráp nhờ dùng các điện cực, các điện cực này không được chuyển hoá hoá học cũng được kiểm tra.

Thử nghiệm đánh giá 1

Đối với điện cực chưa được chuyển hoá hoá học, điện cực này được chế tạo dưới các điều kiện theo các ví dụ từ 1 đến 5 và ví dụ so sánh 1, cần kiểm tra xem liệu các điện cực hay không, các điện cực này đã phải chịu hoá già và sấy khô, có bị dính vào nhau hay không như sau. Các điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính, các điện cực này đã phải được sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu) được xếp chồng để được đặt

chồng lên nhau, và rời ra khi chúng được để trong khoảng thời gian hai giờ mà không phải tác dụng lực vào đó. Sau đó, khi điện cực trên được nâng lên bằng tay, nếu điện cực dưới tiếp xúc chặt với điện cực trên và được nâng lên cùng nhau, cho dù là chỉ một chút, thì các điện cực được đánh giá là dính vào nhau, điều này được biểu thị bằng ký hiệu "x"; ký hiệu "o" hoặc theo ký hiệu khác. Kết quả của thử nghiệm này được thể hiện trong bảng 1.

Thử nghiệm đánh giá 2

Ắc quy axit-chì được lắp ráp nhờ dùng các điện cực được chế tạo theo các ví dụ từ 1 đến 5, và phải chịu thử nghiệm phóng điện 1,0 CA dưới các điều kiện thử nghiệm trên cơ sở tiêu chuẩn JIS C 8704-2-1 để kiểm tra dung lượng phóng điện tốc độ cao. Thời gian phóng điện trước khi đạt đến điện áp cuối cùng cũng được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1

	Các trị số đặt đối bằng axit sulfuric		Các điện cực có bị dính vào nhau hay không	Thời gian phóng điện (phút)
	Nhiệt độ (°C)	Trọng lượng riêng (g/cm ³)		
Ví dụ 1	50	1,20	o	30
Ví dụ 2	40		o	28
Ví dụ 3	60		o	28
Ví dụ 4	30		o	26
Ví dụ 5	70		o	22
Ví dụ so sánh 1	25		x	-

Như được thể hiện trong Bảng 1, các điện cực bị dính vào nhau theo ví dụ so sánh 1, trong đó nhiệt độ của axit sulfuric khoảng 25°C hoặc nhỏ hơn, nhưng các điện cực không dính vào nhau theo các ví dụ từ 1 đến 5, trong đó nhiệt độ của axit sulfuric cao hơn 25°C.

Theo các ví dụ từ 1 đến 5 và ví dụ so sánh 1, các điện cực phải được sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu), hoá già, và sấy khô dưới điều kiện tương tự sau khi axit sulfuric được gắn vào các bề mặt của các điện cực. Cần xem xét các điện cực không dính vào nhau khi nhiệt độ của axit sulfuric cao hơn 25°C (các ví dụ từ 1 đến 5) do mật độ của các tinh thể chì sulfat là thích hợp và lớp chì sulfat được tạo ra một cách thích hợp khi bước sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu) được hoàn thành, so với khi nhiệt độ của axit sulfuric khoảng 25°C hoặc nhỏ hơn (ví dụ so sánh 1). Khi nhiệt độ của axit sulfuric khoảng 25°C hoặc nhỏ hơn, cần phải phát triển các tinh thể chì sulfat bằng cách tăng nhiệt độ sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu) và kéo dài thời gian sấy khô. Khi nhiệt độ của axit sulfuric cao hơn 25°C, việc sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu) có thể được hoàn thành trong khoảng thời gian ngắn hơn so với khi nhiệt độ của axit sulfuric khoảng 25°C hoặc nhỏ hơn, do đó giảm lượng năng lượng để duy trì nhiệt độ trong lò sấy khô sơ bộ (sấy khô ban đầu).

Từ so sánh giữa các ví dụ từ 1 đến 3 và các ví dụ 4 và 5, quan sát thấy rằng dung lượng phóng điện tốc độ cao là lớn hơn khi nhiệt độ của axit sulfuric được đặt nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C so với khi nhiệt độ của axit sulfuric thấp hơn 40°C hoặc cao hơn 60°C. Khi nhiệt độ của axit sulfuric được đặt ở mức cao, thì các tinh thể chì sulfat lớn được kết tủa, điều này cản trở sự tiến triển của phản ứng hoá già. Khi nhiệt độ của axit sulfuric được đặt ở mức thấp, thì các tinh thể chì sulfat mịn được kết tủa, và lớp chì sulfat cản trở sự thấm qua và khuếch tán của axit sulfuric làm việc như chất điện phân vào vật liệu hoạt tính. Do vậy, dung lượng ban đầu được coi là giảm trong cả hai trường hợp. Vì lý do này, điều kiện mà nhiệt độ của axit sulfuric nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C (các ví dụ từ 1 đến 3) là đặc

biệt thích hợp để tạo ra lớp chì sulfat trên lớp bề mặt vật liệu hoạt tính sau khi vật liệu hoạt tính được điền đầy.

Các ví dụ từ 6 đến 9

Điện cực, điện cực này không được chuyển hoá hoá học, được sản xuất nhờ các bước tương tự như các bước theo ví dụ 1 ngoài trừ là nhiệt độ và trọng lượng riêng của axit sulfuric cần được rơi xuống lên trên các bề mặt theo chu vi của các con lăn được thay đổi như được biểu thị trong Bảng 2. Cần kiểm tra xem liệu các điện cực đã được sản xuất có bị dính vào nhau hay không. Dung lượng của ắc quy của ắc quy axit-chì được lắp ráp nhờ dùng các điện cực cũng được kiểm tra.

Việc các điện cực đã được sản xuất có bị dính vào nhau hay không đánh giá theo cách tương tự như theo thử nghiệm đánh giá 1 nêu trên.

Thử nghiệm đánh giá 3

Đối với các điện cực được chế tạo theo các ví dụ 1 và từ 6 đến 9, thử nghiệm phóng điện 0,1 CA được tiến hành dưới các điều kiện thử nghiệm trên cơ sở tiêu chuẩn JIS C 8704-2-1 để kiểm tra dung lượng phóng điện tốc độ thấp. Thời gian phóng điện trước khi đạt đến điện áp cuối cùng cũng được thể hiện trong bảng 2 cùng với các điện cực có bị dính vào nhau hay không.

Bảng 2

	Các trị số đặt đối bằng axit sulfuric		Các điện cực có bị dính vào nhau hay không	Thời gian phóng điện (phút)
	Nhiệt độ (°C)	Trọng lượng riêng (g/cm ³)		
Ví dụ 1	50	1,20	○	10,0
Ví dụ 6		1,10	○	9,9
Ví dụ 7		1,30	○	9,8
Ví dụ 8		1,05	○	9,4

Ví dụ 9		1,35	○	9,5
---------	--	------	---	-----

Như được thể hiện trong Bảng 2, các điện cực không dính vào nhau khi nhiệt độ của axit sulfuric khoảng 50°C (không đổi) và trọng lượng riêng được thay đổi từ 1,05 đến 1,35 (Các ví dụ 1 và từ 6 đến 9).

Từ so sánh giữa các ví dụ 1, 6, và 7 và các ví dụ 8 và 9, quan sát thấy rằng dung lượng phóng điện tốc độ thấp là lớn hơn khi trọng lượng riêng của axit sulfuric được đặt nằm trong khoảng từ 1,10 đến 1,30 so với khi trọng lượng riêng của axit sulfuric ở mức thấp hơn hoặc cao hơn khoảng này. Khi trọng lượng riêng của axit sulfuric được đặt ở mức thấp 1,10 hoặc được đặt ở mức cao hơn 1,30, dung lượng phóng điện tốc độ thấp có xu hướng bị giảm. Khi trọng lượng riêng của axit sulfuric ở mức cao, thì các tinh thể chì sulfat mịn được kết tủa, và chì sulfat cản trở sự thấm qua và khuếch tán của axit sulfuric làm việc như chất điện phân vào vật liệu hoạt tính. Khi trọng lượng riêng của axit sulfuric ở mức thấp, thì các tinh thể chì sulfat lớn được kết tủa, điều này cản trở sự tiến triển của phản ứng hoá già. Do vậy, dung lượng được coi là giảm trong cả hai trường hợp.

Như có thể biết được từ các kết quả theo các ví dụ từ 1 đến 9 và ví dụ so sánh 1, tốt nhất là gắn axit sulfuric có trọng lượng riêng nằm trong khoảng từ 1,10 đến 1,30 và nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C vào các điện cực nhằm ngăn chặn việc dính giữa các điện cực sau khi điền đầy vật liệu hoạt tính và duy trì các đặc tính của ắc quy.

Các ví dụ từ 10 đến 14 và các ví dụ so sánh từ 2 đến 5

Khi xử lý điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính bằng axit sulfuric, bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính, điện cực này đã được ép trước khi việc xử lý bằng axit sulfuric, được nhúng chìm vào trong axit sulfuric với các điều kiện thay đổi về nhiệt độ và trọng lượng riêng như được biểu thị trong bảng 3, được thể hiện dưới đây. Do vậy, lớp chì sulfat được tạo ra trên bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính. Điện cực, điện cực này không được chuyển hoá hoá học, được sản

xuất nhờ các bước tương tự như các bước theo theo ví dụ 1 ngoại trừ bước được mô tả trên đây. Theo các ví dụ này, độ dày của lớp chì sulfat tạo ra trên bề mặt điện cực được kiểm tra đối với trọng lượng riêng của axit sulfuric. Ngoài ra, cần kiểm tra xem liệu các điện cực đã được sản xuất có bị dính vào nhau hay không. Dung lượng của ắc quy của ắc quy axit-chì được lắp ráp nhờ dùng các điện cực cũng được kiểm tra.

Việc các điện cực đã được sản xuất có bị dính vào nhau hay không đánh giá theo cách tương tự như theo thử nghiệm đánh giá 1 nêu trên. Đối với dung lượng của ắc quy, dung lượng phóng điện tốc độ thấp được kiểm tra như theo thử nghiệm đánh giá 3 nêu trên.

Thử nghiệm đánh giá 4

Các mặt cắt của các điện cực được chế tạo theo các ví dụ từ 10 đến 14 và các ví dụ so sánh từ 2 đến 5 được quan sát nhờ dùng kính hiển vi lumen kim quang kỹ thuật số (MX-1200II được sản xuất bởi Nakaden International và có độ khuếch đại khoảng 100 lần), và trạng thái quan sát được kiểm tra. Từ trạng thái kiểm tra được của vùng lân cận của bề mặt của điện cực, mối quan hệ giữa trọng lượng riêng của axit sulfuric dùng trong việc xử lý bằng axit sulfuric (trọng lượng riêng của axit sulfuric dùng để nhúng chìm) và độ dày của lớp chì sulfat tạo ra trên bề mặt điện cực (độ dày của lớp được nhúng chìm trong axit do sự xâm nhập của axit sulfuric) được kiểm tra. Các kết quả được biểu thị trên Fig.2 và Fig.3 và bảng 3 cùng với các trọng lượng riêng của axit sulfuric tương ứng.

Bảng 3

	Các trị số đặt đổi bằng axit sulfuric		Độ dày của lớp chì sulfat trên bề mặt điện cực (mm)	Các điện cực có bị dính vào nhau hay không	Thời gian phóng điện (phút)
	Nhiệt độ (°C)	Trọng lượng riêng (g/cm ³)			
Ví dụ so sánh 2	40	1,00	0	X	9,3
Ví dụ so sánh 3		1,02	0,03	X	9,3
Ví dụ so sánh 4		1,05	0,06	X	9,4
Ví dụ so sánh 5		1,08	0,09	X	9,5
Ví dụ 10		1,10	0,12	○	9,9
Ví dụ 11		1,20	0,35	○	10,0
Ví dụ 12		1,30	0,48	○	9,8
Ví dụ 13		1,40	0,62	○	9,5
Ví dụ 14		1,50	0,79	○	9,4

Trên Fig.2 và từ bảng 3, thấy được rằng độ dày của lớp chì sulfat tạo ra trên bề mặt điện cực được thay đổi theo trọng lượng riêng của axit sulfuric dùng trong việc xử lý bằng axit sulfuric. Trên Fig.2 và Fig.3 và từ bảng 3, không quan sát được việc dính giữa các điện cực khi độ dày của lớp chì sulfat tạo ra trên bề mặt điện cực nằm trong khoảng từ 100µm đến 800µm (0,1mm đến 0,8mm) (các ví dụ từ 10 đến 14). Ngoài ra, cũng thấy được rằng các điện cực không dính vào nhau và thu được thời gian phóng điện tốt nhất là khi độ dày của lớp chì sulfat tạo ra trên bề mặt điện

cực nằm trong khoảng từ 100 μ m đến 500 μ m (0,1mm đến 0,5mm) (các ví dụ từ 10 đến 12).

Như có thể biết được từ phần mô tả trên đây, các kết quả theo các ví dụ từ 10 đến 14 và các ví dụ so sánh từ 2 đến 5 biểu thị rằng các điện cực có thể được ngăn không cho dính vào nhau bằng cách điều khiển việc xử lý bằng axit sulfuric sao cho độ dày của lớp chì sulfat tạo ra trên bề mặt điện cực sau khi sấy khô sơ bộ nằm trong khoảng từ 100 μ m đến 800 μ m. Các kết quả biểu thị hơn nữa rằng các điện cực có thể được ngăn không cho dính vào nhau trong khi duy trì các đặc tính của ắc quy bằng cách điều khiển việc xử lý bằng axit sulfuric sao cho độ dày của lớp chì sulfat tạo ra trên bề mặt điện cực sau khi sấy khô sơ bộ nằm trong khoảng từ 100 μ m đến 500 μ m (xem Fig.3).

Mặc dù một phương án thực hiện sáng chế đã được mô tả một cách cụ thể trên đây, sáng chế không chỉ giới hạn ở phương án thực hiện này và các ví dụ được mô tả ở đây. Tức là, các điều kiện được mô tả theo phương án thực hiện này và các ví dụ được mô tả trên đây có thể được cải biến hoặc thay đổi trên cơ sở nội dung kỹ thuật của sáng chế trừ khi được nêu một cách cụ thể khác.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất điện cực ắc quy axit-chì bao gồm các bước:

điền đầy vật liệu hoạt tính dạng bột nhão lên trên lớp nền dạng lưới (3) làm bằng hợp kim chì để tạo ra điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7);

ép điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7); và

hóa già và sấy khô điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7), điện cực này đã được ép ở bước ép để thu được điện cực mà chưa bị chuyển hoá hoá học, trong đó:

phương pháp này còn có các bước:

xử lý bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7) bằng axit sulfuric, axit sulfuric này được điều chỉnh đến nhiệt độ không đổi cao hơn nhiệt độ bình thường; và

sấy khô sơ bộ điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7), bề mặt của nó đã được xử lý bằng axit sulfuric ở bước xử lý bằng axit sulfuric, trước khi điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7) được hoá già ở bước hóa già và sấy khô, trong đó:

axit sulfuric dùng ở bước xử lý bằng axit sulfuric có nhiệt độ được điều chỉnh để nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C, và có trọng lượng riêng được điều chỉnh để nằm trong khoảng từ 1,10 đến 1,30 (ở nhiệt độ khoảng 20°C);

bước xử lý bằng axit sulfuric được thực hiện ở bước ép;

ở bước ép, máy cán ép (9) tạo ra có cặp con lăn (9A, 9B) có các bề mặt ép được dùng để ép điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7) bằng cách khiến cho điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7) này đi qua giữa cặp con lăn (9A, 9B); và

axit sulfuric được thấm vào trong các bề mặt ép của cặp con lăn (9A, 9B) và axit sulfuric được đưa vào bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7) khi điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7) đi qua giữa cặp con lăn (9A, 9B).

2. Phương pháp sản xuất điện cực ắc quy axit-chì theo điểm 1, trong đó lớp chì sulfat đã được tạo ra trên bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7), điện cực này đã được sấy sơ bộ ở bước sấy khô sơ bộ có độ dày nằm trong khoảng từ 100µm đến

800 μ m.

3. Phương pháp sản xuất điện cực ắc quy axit-chì theo điểm 1, trong đó lớp chì sulfat đã được tạo ra trên bề mặt của điện cực điền đầy vật liệu hoạt tính (7), điện cực này đã được sấy sơ bộ ở bước sấy khô sơ bộ có độ dày nằm trong khoảng từ 100 μ m đến 500 μ m.

Fig. 1

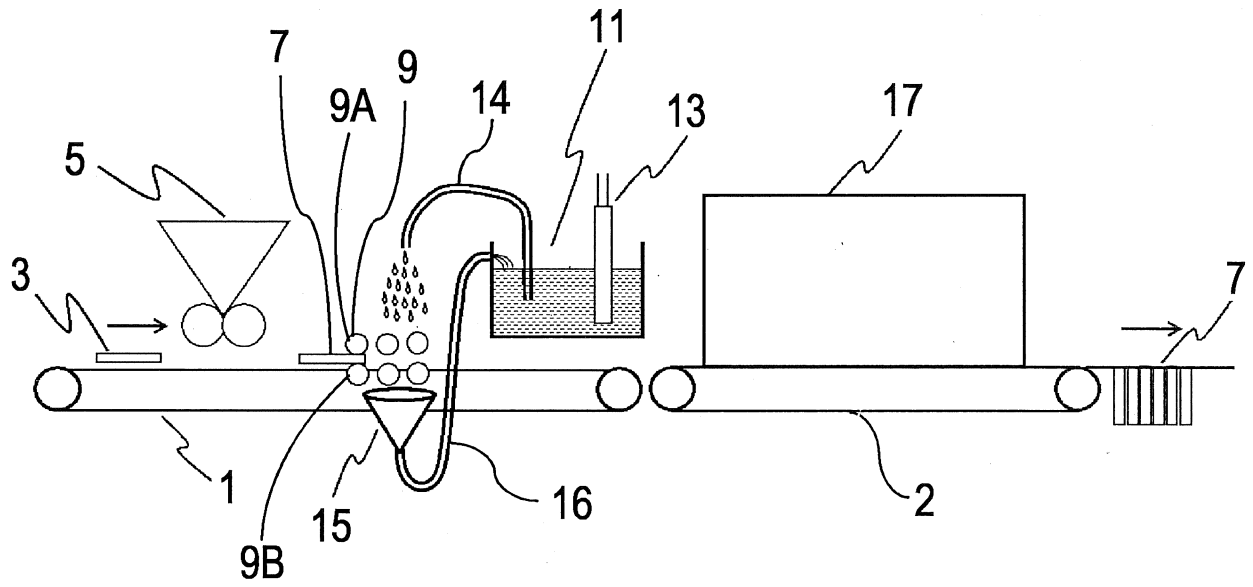


Fig. 2

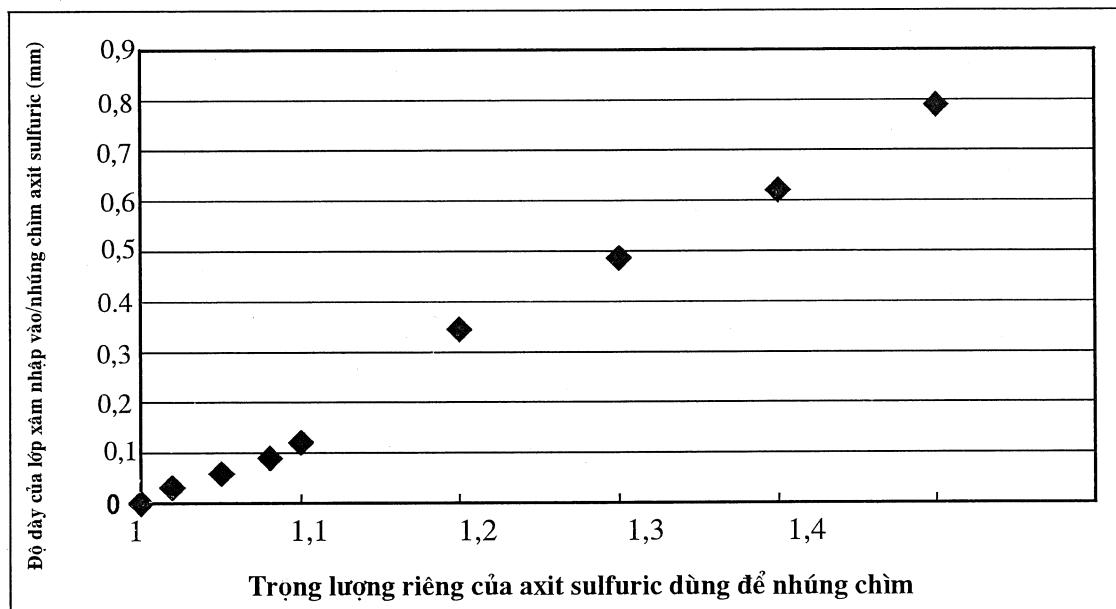


Fig. 3A

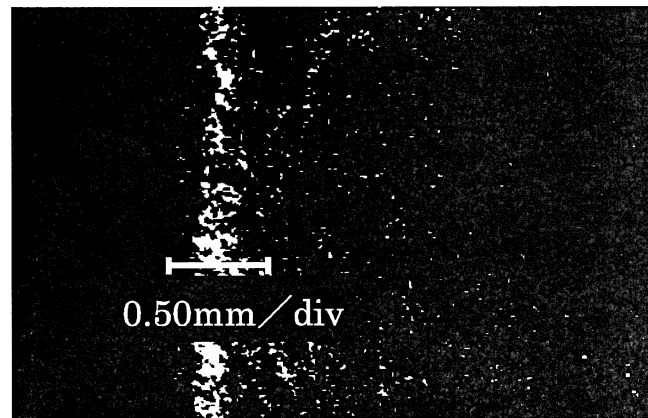


Fig. 3B

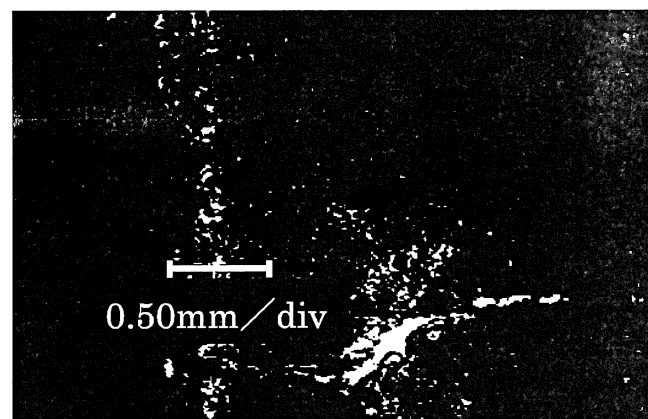


Fig. 3C

