

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 398 714**

51 Int. Cl.:

**C08F 110/06** (2006.01)

**C08J 5/18** (2006.01)

**C08K 5/00** (2006.01)

**H01B 3/44** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.08.2010 E 10172111 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.11.2012 EP 2415791**

54 Título: **Película de BOPP con alta resistencia a la ruptura en AC**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**21.03.2013**

73 Titular/es:

**BOREALIS AG (100.0%)  
IZD Tower Wagramerstrasse 17-19  
1220 Vienna, AT**

72 Inventor/es:

**GLOGER, DIETRICH;  
KLIMKE, KATJA;  
FIEBIG, JOACHIM;  
GREIN, CHRISTELLE y  
PERSSON, ROBERT**

74 Agente/Representante:

**MIR PLAJA, Mireia**

**ES 2 398 714 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

Película de BOPP con alta resistencia a la ruptura en AC

- 5 **[0001]** La presente invención se refiere a una nueva composición de polipropileno y a una película de polipropileno orientado biaxialmente, así como a una película de condensador realizada a partir de dicha composición de polipropileno.
- 10 **[0002]** Las películas de condensador deben aguantar condiciones extremas tales como altas temperaturas y una elevada resistencia a la ruptura dieléctrica. Adicionalmente, se valora que las películas de condensador posean buenas propiedades mecánicas tales como una alta rigidez y también altas temperaturas de funcionamiento. En relación con la resistencia a la ruptura dieléctrica, debe considerarse que la propiedad o rendimiento global de un sistema (en este caso: una película de condensador) viene dominado por las pequeñas propiedades locales extremas de ese sistema. Desafortunadamente, no es el valor extremo más fuerte el que importa, es el valor más débil el que gobierna el rendimiento global. Así, aunque se valora que una muestra de una película de condensador alcance valores elevados de ruptura dieléctrica, debe garantizarse también que muestras diferentes de la misma película de condensador presenten también valores de ruptura dieléctrica prometedores en promedio. Por lo tanto, en otras palabras, la película de condensador debe tener continuamente las mismas propiedades en cada posición de dicha película.
- 15 **[0003]** Por consiguiente, para evaluar si la película de condensador presenta en todos sus aspectos un buen rendimiento de ruptura dieléctrica, de dicha película se recortan diez muestras pequeñas y cada espécimen se somete a una medición independiente de ruptura que se realiza de acuerdo con la IEC-60243. Los especímenes pequeños se ven dañados irreversiblemente por la medición. Debido a la naturaleza estocástica de los eventos de ruptura, los campos de ruptura que se registran para cada una de las 10 muestras (de la misma película) se dispersan de una manera bastante amplia y no presentan una distribución Gaussiana, sino lo que se conoce como distribución de Weibull. Esta es una distribución denominada de valores extremos. Por lo tanto, es necesario echar una mirada a la dispersión de los resultados, no al voltaje de ruptura únicamente. La dispersión de los datos de Weibull está caracterizada por el parámetro  $\beta$ . Cuanto menor sea el parámetro  $\beta$ , mayor será la diseminación de los resultados de ruptura dieléctrica. Teniendo en cuenta la fiabilidad, la dispersión debería ser lo más pequeña posible, y por lo tanto el parámetro  $\beta$  lo más grande posible. Esto significa que la tarea no es solamente lograr un voltaje elevado de ruptura dieléctrica sino también un parámetro  $\beta$  alto. Solo un parámetro  $\beta$  elevado garantiza que la película de condensador satisfaga realmente de forma frecuente el alto voltaje de ruptura dieléctrica.
- 20 **[0004]** Tal como se ha mencionado anteriormente, otro aspecto en el campo de las películas de condensador es la temperatura de funcionamiento, la cual debería ser lo más alta posible. Se pueden lograr temperaturas altas de funcionamiento en caso de que la temperatura de deformación térmica sea bastante elevada.
- 25 **[0005]** Por lo tanto, el objetivo de la presente invención es proporcionar un polipropileno que garantice que una película de condensador realizada con el mismo, aguante una alta intensidad de campo eléctrico sin provocar una rotura de la misma, y este comportamiento se puede alcanzar con un parámetro  $\beta$  bastante alto. Preferentemente, un polipropileno de este tipo presenta adicionalmente una resistencia a las altas temperaturas, expresada en términos de temperatura de deformación térmica (HDT) o resistencia al calor Vicat B.
- 30 **[0006]** La presente invención se basa en el hallazgo de que se puede lograr un comportamiento mejorado de ruptura teniendo en cuenta la resistencia a la ruptura dieléctrica y el parámetro  $\beta$ , mediante el uso de una composición de polipropileno para la película de condensador, en donde dicha composición de polipropileno comprende un polipropileno en el cual un agente  $\alpha$ -nucleante está disuelto, y dicho propileno se caracteriza por cantidades bastante altas de regiodefectos  $\langle 2,1 \rangle$  eritro y se caracteriza además de forma opcional por cantidades bastante altas de fracciones cristalinas que cristalizan en el intervalo de temperaturas de por encima de 140 a 170 °C, según se determina mediante la técnica de segregación isotérmica por pasos (SIST). Una composición de polipropileno de este tipo posibilita obtener películas de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP) y/o películas de condensador con una alta resistencia a la ruptura dieléctrica y un parámetro  $\beta$  elevado.
- 35 **[0007]** Por lo tanto, la presente invención se refiere a una composición de polipropileno (PP-C) que comprende
- 40 (i) por lo menos un 70 % en peso, preferentemente por lo menos un 85 % en peso, de un polipropileno (PP) y
- 45 (ii) entre un 0,005 y un 1,5 % en peso de un agente  $\alpha$ -nucleante (N)
- 50 basándose en la composición de polipropileno (PP-C), en donde la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tiene/tienen
- 55 (a) un contenido de comonomeros igual al o por debajo del 1,0 % en peso, los comonomeros son etileno y/o por lo menos una  $\alpha$ -olefina  $C_4$  a  $C_{20}$ ,

y

(b) regiodefectos <2,1> eritro de más del 0,1 % molar determinados por espectroscopia  $^{13}\text{C}$ , y en donde además

(c) la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tiene/tienen una isotacticidad de pentadas <mmmm> de por lo menos un 98 % molar,

y/o

(d) la composición de polipropileno (PP-C) comprende por lo menos un 9,0 % en peso de una fracción cristalina que cristaliza en el intervalo de temperaturas de por encima de 160 a 170 °C, en donde dicha fracción se determina mediante la técnica de segregación isotérmica por pasos (SIST).

**[0008]** Preferentemente, el polipropileno es el único polímero dentro de la composición de polipropileno (PP-C).

**[0009]** Sorprendentemente, se ha observado que una composición de polipropileno de este tipo posibilita obtener películas de condensador con una buena ruptura dieléctrica que tienen además valores elevados del parámetro  $\beta$ . Adicionalmente, la temperatura de deformación térmica (HDT) y la resistencia al calor Vicat B son muy altas.

**[0010]** A continuación se describe más detalladamente la presente invención.

**[0011]** Un compuesto importante de la composición de polipropileno (PP-C) es el polipropileno (PP). Por lo tanto, la mayoría de las características relevantes para el polipropileno (PP) como tales, son aplicables igualmente para la composición de polipropileno final (PP-C). Esto es así en particular para casos en los que el polipropileno (PP) es el único polímero en la composición de polipropileno (PP-C).

**[0012]** El polipropileno (PP) se caracteriza por un contenido de comonómeros bastante bajo. En la medida en la que el polipropileno (PP) es la parte dominante de la composición de polipropileno (PP-C) también la composición como tal se caracteriza por cantidades bajas de comonómeros. Por consiguiente, se prefiere que la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tenga/tengan un contenido de comonómeros igual al o por debajo del 1,0 % en peso, más preferentemente igual al o por debajo del 0,8 % en peso, aún más preferentemente igual al o por debajo del 0,5 % en peso.

**[0013]** Por lo tanto, el polipropileno (PP) es preferentemente un copolímero de propileno aleatorio (R-PP) o un homopolímero de propileno (H-PP), prefiriéndose especialmente este último.

**[0014]** En caso de que el polipropileno (PP) sea un copolímero de propileno aleatorio (R-PP), el mismo comprende monómeros copolimerizables con propileno, por ejemplo, comonómeros tales como etileno y/o  $\alpha$ -olefinas  $\text{C}_4$  a  $\text{C}_{20}$ , en particular etileno y/o  $\alpha$ -olefinas  $\text{C}_4$ - $\text{C}_{10}$ , por ejemplo, 1-buteno y/o 1-hexeno. Preferentemente, el copolímero de propileno aleatorio (R-PP) comprende, especialmente está compuesto por, monómeros copolimerizables con propileno del grupo compuesto por etileno, 1-buteno y 1-hexeno. Más específicamente, el copolímero de propileno aleatorio (R-PP) comprende - aparte de propileno - unidades obtenibles a partir de etileno y/o 1-buteno. En una realización preferida, el copolímero de propileno aleatorio (R-PP) comprende unidades obtenibles a partir de etileno y propileno solamente. El contenido de comonómeros en el copolímero de propileno aleatorio (R-PP) está preferentemente en el intervalo de más de 0,5 a 1,0 % en peso, todavía más preferentemente en el intervalo de más del 0,5 al 0,8 % en peso.

**[0015]** El término homopolímero usado en la presente invención se refiere a un polipropileno que está compuesto sustancialmente, es decir, por al menos un 99,5 % en peso, más preferentemente por al menos un 99,8 % en peso, de unidades de propileno. En una realización preferida, en el homopolímero de propileno (H-PP) son detectables únicamente unidades de propileno. El contenido de comonómeros se puede determinar con espectroscopia  $^{13}\text{C}$  NMR, según se describe posteriormente en los ejemplos.

**[0016]** La expresión "copolímero aleatorio" indica que los comonómeros dentro del copolímero de propileno (PP) están distribuidos aleatoriamente. La aleatoriedad define la cantidad de unidades comonoméricas aisladas, es decir, aquellas que no tienen unidades comonoméricas vecinas, en comparación con la cantidad total de comonómeros en la cadena polimérica. En una realización preferida, la aleatoriedad del copolímero de propileno (R-PP) es de por lo menos el 30 %, más preferentemente por lo menos el 50 %, incluso más preferentemente por lo menos el 60 %, y todavía más preferentemente el 65 %.

**[0017]** Preferentemente, el polipropileno (PP) es altamente isotáctico. Por consiguiente, se valora que la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tenga(tengan) una isotacticidad de pentadas <mmmm>, es decir, mayor que el 98 % molar, más preferentemente mayor que el 98,5 % molar, todavía más preferentemente mayor que el 98,6 % molar.

**[0018]** Otra característica del polipropileno (PP) es que el mismo se produce preferentemente por medio de un catalizador de un único centro activo. Los polipropilenos producidos por medio de un catalizador de un único centro activo se caracterizan, entre otros aspectos, por una cantidad bastante alta de inserciones erróneas de tipo regio de

propileno dentro de la cadena polimérica. Por consiguiente, la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) se caracteriza/caracterizan por una alta cantidad de regiodefectos <2,1> eritro, es decir, más de un 0,1 % molar, más preferentemente igual a o más de un 0,2 % molar, aún más preferentemente más de un 0,4 % molar, todavía más preferentemente más de un 0,6 % molar, por ejemplo en el intervalo de entre un 0,7 y un 0,9 % molar, determinado por espectroscopia <sup>13</sup>C-NMR.

**[0019]** Los polipropilenos comercialmente disponibles en principio útiles para condensadores se caracterizan por un contenido bastante alto de solubles en xileno en frío (XCS). El polipropileno (PP) y/o la composición de polipropileno (PP-C) de la presente invención se caracteriza/caracterizan por un contenido bastante bajo de solubles en xileno en frío (XCS), es decir, por un contenido de solubles en xileno en frío (XCS) igual a o por debajo del 1,5 % en peso, más preferentemente igual a o por debajo del 1,3 % en peso, aún más preferentemente igual a o por debajo del 1,0 % en peso, por ejemplo igual a o por debajo del 0,8 % en peso. Así, en particular se valora que el polipropileno (PP) y/o la composición de polipropileno (PP-C) de la presente invención tenga/tengan un contenido de solubles en xileno en frío (XCS) en el intervalo de entre 0,3 e igual a o por debajo del 1,5 % en peso, más preferentemente en el intervalo de entre el 0,3 e igual a o por debajo del 1,3 % en peso, aún más preferentemente en el intervalo de entre el 0,4 e igual a o por debajo del 1,0 % en peso, por ejemplo en el intervalo de entre el 0,4 e igual a o por debajo del 0,8 % en peso.

**[0020]** La cantidad de solubles en xileno en frío (XCS) indica adicionalmente que la composición de polipropileno (PP-C) está preferentemente exenta de cualquier componente de polímero elastomérico, como un caucho de etileno propileno. En otras palabras, el polipropileno (PP) no será un polipropileno heterofásico, es decir, un sistema compuesto por una matriz de polipropileno en la que está dispersada una fase elastomérica. Dichos sistemas se caracterizan por un contenido bastante alto de solubles en xileno en frío. Otra característica de la composición de polipropileno (PP-C) y su polipropileno (PP) es el comportamiento de fusión.

**[0021]** Por consiguiente, se valora que la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tenga/tengan una temperatura de fusión ( $T_m$ ), medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC), de por lo menos 150,0 °C, más preferentemente de por lo menos 152 °C. Así, en particular se valora que la temperatura de fusión ( $T_m$ ), medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC), de la composición de polipropileno (PP-C) y/o del polipropileno (PP) esté en el intervalo de entre 150 y 160 °C, más preferentemente en el intervalo de entre 151 y 159 °C, y aún más preferentemente en el intervalo de entre 152 y 155 °C. Las temperaturas de fusión ( $T_m$ ) proporcionadas en este párrafo se refieren en particular a la composición de polipropileno (PP-C).

**[0022]** Además, se valora que la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) de la presente invención tenga/tengan una temperatura de cristalización ( $T_c$ ) bastante alta. Así, se prefiere que la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tenga/tengan una temperatura de cristalización ( $T_c$ ), medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC), de por lo menos 110 °C, más preferentemente de por lo menos 113 °C. Por consiguiente, el polipropileno tiene preferentemente una temperatura de cristalización ( $T_c$ ), medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC), en el intervalo de entre 110 y 120 °C, más preferentemente en el intervalo de entre 115 y 119 °C. Las temperaturas de cristalización ( $T_c$ ) proporcionadas en este párrafo se refieren en particular a la composición de polipropileno (PP-C).

**[0023]** La distribución de pesos moleculares (MWD) es la relación entre los números de moléculas en un polímero y la longitud de cadena individual. La distribución de pesos moleculares (MWD) se expresa como la relación del peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ) y el peso molecular promedio en número ( $M_n$ ). El peso molecular promedio en número ( $M_n$ ) es un peso molecular promedio de un polímero, expresado como el primer momento de una representación del número de moléculas en cada intervalo de pesos moleculares con respecto al peso molecular. En efecto, este es el peso molecular total de todas las moléculas dividido por el número de moléculas. A su vez, el peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ) es el primer momento de una representación del peso de polímero en cada intervalo de pesos moleculares con respecto al peso molecular.

**[0024]** El peso molecular promedio en número ( $M_n$ ) y el peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ) así como la distribución del peso molecular (MWD) se determinan mediante cromatografía de permeación en gel (GPC) (ISO 16014-4 2003).

**[0025]** Por consiguiente, se prefiere que la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tenga/tengan un peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ) de entre 100 y 600 kg/mol, más preferentemente entre 200 y 500 kg/mol.

**[0026]** El peso molecular promedio en número ( $M_n$ ) de la composición de polipropileno (PP-C) y/o del polipropileno (PP) está preferentemente en el intervalo de entre 5 y 400 kg/mol, más preferentemente entre 10 y 300 kg/mol.

**[0027]** Una distribución del peso molecular (MWD) amplia mejora la procesabilidad del polipropileno. Por consiguiente, se valora que la distribución del peso molecular (MWD), medida de acuerdo con la ISO 16014-4 2003, de la composición de polipropileno (PP-C) y/o del polipropileno (PP) sea por lo menos 2,0, más preferentemente por lo menos 2,2, por ejemplo 2,5. Por otro lado, una distribución del peso molecular (MWD) bastante amplia indica una cantidad bastante alta de fracciones de bajo peso molecular que contribuyen al contenido de solubles en xileno sin mejorar el

comportamiento dieléctrico. Por lo tanto, en una realización alternativa, la distribución del peso molecular (MWD) de la composición de polipropileno (PP-C) y/o del polipropileno (PP) está preferentemente entre 2,0 e igual a o por debajo de 7,0, todavía más preferentemente en el intervalo de entre 2,0 y 5,0, por ejemplo entre 2,5 y 5,0.

5 **[0028]** Además, se prefiere que el polipropileno (PP) de la presente invención tenga un índice de fluidez (MFR) dado en un intervalo específico. El índice de fluidez medido bajo una carga de 2,16 kg a 230 °C (ISO 1133) se indica como MFR<sub>2</sub> (230 °C). Por consiguiente, se prefiere que, en la presente invención, la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tenga/tengan un MFR<sub>2</sub> (230 °C) de más de 1,5 g/10 min, más preferentemente de más de 1,8 g/10 min. Por consiguiente, se valora que el MFR<sub>2</sub> (230 °C), medido de acuerdo con la ISO 1133, de la composición de polipropileno (PP-C) y/o del polipropileno (PP) esté en el intervalo de entre 1,5 y 10,0 g/10 min, más preferentemente en el intervalo de entre 1,8 y 6,0 g/10 min, por ejemplo en el intervalo de entre 2,0 y 4,0 g/10 min.

10 **[0029]** El polipropileno (PP) puede ser además unimodal o multimodal, por ejemplo bimodal teniendo en cuenta la distribución del peso molecular y/o la distribución del contenido de comonomeros.

15 **[0030]** El término "multimodal" o "bimodal" usado en la presente se refiere a la modalidad del polímero, es decir

- 20 ■ la forma de su curva de distribución del peso molecular, que es la gráfica de la fracción del peso molecular en función de su peso molecular,
- o
- la forma de su curva de distribución del contenido de comonomeros, que es la gráfica del contenido de comonomeros en función del peso molecular de las fracciones poliméricas.

25 **[0031]** En particular, se prefiere que el polipropileno (PP) - si no es unimodal - sea multimodal, por ejemplo, bimodal, considerando su curva de distribución del peso molecular. Por consiguiente, el polipropileno (PP) de la presente invención puede comprender una primera fracción que tenga un MFR<sub>2</sub> (230 °C) en el intervalo de entre 0,3 y 3,0 g/10 min y una segunda fracción que tenga un MFR<sub>2</sub> (230 °C) en el intervalo de entre 1,0 y 50,0 g/10 min. Incluso más preferentemente, la primera fracción tiene un MFR<sub>2</sub> (230 °C) menor que la segunda fracción. Preferentemente, la primera fracción se produce en un reactor de bucle mientras que la segunda fracción se produce en un reactor de fase gaseosa.

30 **[0032]** Además, se valora que el polipropileno (PP) sea de estructura lineal y por lo tanto que no muestre (o casi no presente) ningún tipo de ramificación. Por consiguiente, se valora que la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) de la presente invención tenga/tengan preferentemente un índice de ramificación  $g'$  no menor que 0,9, preferentemente mayor que 0,9, por ejemplo por lo menos 0,95. En otras palabras, si la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tiene/tienen algún tipo de ramificación, el mismo será bastante moderado. Por consiguiente, el índice de ramificación  $g'$  de la composición de polipropileno (PP-C) y/o del polipropileno (PP) está preferentemente en el intervalo de entre 0,9 y 1,0, más preferentemente en el intervalo de más de 0,9 a 1,0, por ejemplo en el intervalo de 0,96 a 1,0. En una realización especialmente preferida, la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) no presenta(n) ninguna ramificación, es decir, la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tiene/tienen un índice de ramificación  $g'$  de 1,0. Un valor bajo de  $g'$  es un indicador de un polímero altamente ramificado. En otras palabras, si el valor de  $g'$  disminuye, la ramificación del polipropileno aumenta. La determinación exacta del valor de  $g'$  se especifica en la sección de ejemplos.

35 **[0033]** En la medida en la que el polipropileno (PP) según esta invención es preferentemente de estructura no ramificada, el mismo tampoco presenta una cantidad significativa de contenido de gel. Los geles son un fenómeno típico de polipropilenos que están reticulados. Así, el contenido de gel es un buen indicador de la modificación química de la composición de polipropileno (PP-C) y/o del polipropileno (PP). Por consiguiente, la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) de la presente invención se caracteriza/caracterizan por un contenido de gel relativamente moderado, es decir, no mayor que el 0,50 % en peso, más preferentemente no mayor que el 0,25 % en peso, todavía más preferentemente no mayor que el 0,15 % en peso, por ejemplo por debajo del 0,15 % en peso, aún más preferentemente no mayor que el 0,10 % en peso, determinado como la cantidad relativa de polímero insoluble en xileno hirviendo (fracción insoluble en xileno en caliente, XHI). En una realización especialmente preferida, no es detectable ningún contenido de gel.

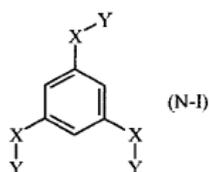
40 **[0034]** Como componente adicional, en la composición de polipropileno (PP-C) hay presente un agente  $\alpha$ -nucleante (N). Los agentes  $\alpha$ -nucleantes (N) preferidos son aquellos que son solubles en el polipropileno (PP). Los agentes  $\alpha$ -nucleantes solubles se caracterizan por presentar una secuencia de disolución en calentamiento y recristalización en enfriamiento para mejorar el grado de dispersión. Kristiansen et al., en *Macromolecules* 38 (2005), páginas 10461 a 10465, y Balzano et al., en *Macromolecules* 41 (2008), páginas 5350 a 5355, por ejemplo describen métodos para determinar dichas solución y recristalización. De forma detallada, la disolución y la recristalización se pueden monitorizar por medio de reología de fusión en modo dinámico según define la ISO 6271-10:1999.

[0035] Por consiguiente, se prefiere que los agentes  $\alpha$ -nucleantes (N) se seleccionen del grupo compuesto por derivados de sorbitol, derivados de nonitol, derivados de benceno de fórmula N-I según se define posteriormente, como benceno-trisamidas, y mezclas de los mismos.

5 [0036] Los derivados adecuados de sorbitol son di(alquilbenciliden)sorbitoles, como 1,3:2,4-dibencilidensorbitol o bis-(3,4-dimetilbenciliden)sorbitol.

[0037] Los derivados de nonitol adecuados incluyen 1,2,3-trideoxi-4,6:5,7-bis-O-[(4-propilfenil)metilen]-nonitol.

10 [0038] Tal como se ha mencionado anteriormente, los derivados de benceno se definen por la fórmula N-I



20 en donde

X se selecciona independientemente del grupo compuesto por  $-NR^1-$ ,  $-CR^2R^3-$ ,  $-O-$ , preferentemente  $-NR^1-$ ,

25 Y se selecciona independientemente del grupo compuesto por  $-CR^4R^5R^6-$ ,  $-C(O)R^7-$ ,

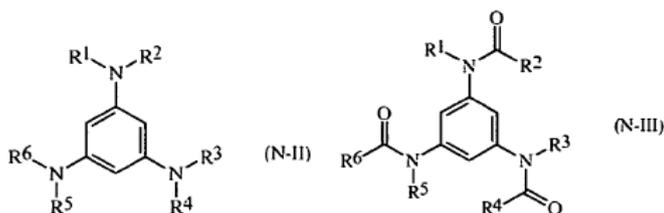
con  $R^1$  se selecciona del grupo compuesto por  $-H$ , metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, y n-butilo, preferentemente  $-H$ ,

30  $R^2$  y  $R^3$  se seleccionan independientemente del grupo compuesto por  $-H$ , metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, y n-butilo, preferentemente  $-H$ ,

$R^4$ ,  $R^5$ , y  $R^6$  se seleccionan independientemente del grupo compuesto por  $-H$ , metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, y tert-butilo, o uno de los residuos  $R^4$ ,  $R^5$ , y  $R^6$  se selecciona del grupo compuesto por  $-H$ , metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, y n-butilo, mientras que los dos residuos restantes forman con el carbono C un anillo alifático de cinco a ocho miembros, preferentemente un anillo ciclo-hexilo sustituido o no sustituido, y

40  $R^7$  se selecciona del grupo compuesto por metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, tert-butilo, n-pentilo, ciclo-pentilo, y ciclo-hexilo.

[0039] De forma aún más preferente, los derivados de benceno son aquellos de fórmula N-II ó N-III, preferentemente de fórmula N-III,



55 en donde

$R^1$ ,  $R^3$ ,  $R^5$  se seleccionan independientemente del grupo compuesto por  $-H$ , metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, preferentemente  $-H$ , y

60  $R^2$ ,  $R^4$ ,  $R^6$  se seleccionan independientemente del grupo compuesto por  $-etilo$ , n-propilo, iso-propilo, n-butilo, tert-butilo, n-pentilo, ciclo-pentilo, y ciclo-hexilo, preferentemente se seleccionan independientemente del grupo compuesto por iso-propilo, tert-butilo, ciclopentilo, y ciclo-hexilo, como iso-propilo o ciclo-hexilo.

[0040] Preferentemente, todos los residuos de los anillos de benceno de fórmulas N-I, N-II, N-III son idénticos.

[0041] Por consiguiente, los derivados de benceno especialmente preferidos son N,N',N''-tris-tert-butil-1,3,5-bencenotricarboxamida o N,N',N''-tris-ciclohexil-1,3,5-benceno-tricarboxamida. El derivado de benceno más preferido es N,N',N''-tris-tert-butil-1,3,5-bencenotricarboxamida.

5

[0042] En particular se ha observado que se pueden lograr resultados especialmente buenos en caso de que el agente  $\alpha$ -nucleante (N) tenga un grado elevado de simetría molecular que dé como resultado un momento dipolar neto próximo a cero Debye. Los agentes  $\alpha$ -nucleantes preferidos tienen una simetría molecular clasificada como  $C_{3h}$ . Las moléculas que presentan una alta simetría molecular con momentos dipolares netos pequeños o de cero se prefieren en aplicaciones dieléctricas puesto que la contribución a la tangente de pérdidas dieléctricas es pequeña.

10

[0043] Así, en una realización preferida, la composición de polipropileno (PP-C) de la presente invención comprende por lo menos un  $\alpha$ -nucleante (N) que tiene una simetría molecular clasificada como  $C_{3h}$  y que es un derivado de benceno de fórmula N-I, más preferentemente de fórmula N-II ó N-III, aún más preferentemente de fórmula N-III, por ejemplo N,N',N''-tris-tert-butil-1,3,5-bencenotricarboxamida o N,N',N''-tris-ciclohexil-1,3,5-benceno-tricarboxamida. Así, en una realización preferida particular, la composición de polipropileno (PP-C) de la presente invención comprende como agentes  $\alpha$ -nucleantes (N) únicamente aquellos de derivados de benceno de fórmula N-I, más preferentemente de fórmula N-II ó N-III, aún más preferentemente de fórmula N-III. En una realización especialmente preferida, la composición de polipropileno (PP-C) de la presente invención comprende como agentes  $\alpha$ -nucleantes únicamente N,N',N''-tris-ciclohexil-1,3,5-bencenotricarboxamida y/o N,N',N''-tris-tert-butil-1,3,5-bencenotricarboxamida, prefiriéndose especialmente este último.

15

20

[0044] La composición de polipropileno (PP-C) está caracterizada además por sus fracciones cristalinas obtenidas mediante la técnica de segregación isotérmica por pasos (SIST). A diferencia de las composiciones de polipropileno conocidas, la composición de polipropileno de la invención (PP-C) contiene cantidades bastante altas de fracciones cristalinas en el intervalo de temperaturas de entre 140 y 170 °C. Por consiguiente, se prefiere que la composición de polipropileno (PP-C) comprenda por lo menos 9,0 % en peso, más preferentemente por lo menos un 15,0 % en peso, aún más preferentemente por lo menos un 20,0 % en peso, por ejemplo por lo menos un 24,0 % en peso, de una fracción cristalina que cristalice en el intervalo de temperaturas de entre por encima de 160 y 170 °C, en donde dicha fracción se determina mediante la técnica de segregación isotérmica por pasos (SIST). Por otro lado, la fracción cristalina que cristaliza en el intervalo de temperaturas de entre por encima de 160 y 170 °C de la composición de polipropileno (PP-C) no debería ser demasiado elevada, es decir, no mayor que el 40,0 % en peso, por ejemplo no mayor que el 35,0 % en peso. Por consiguiente, en una realización preferida, la composición de polipropileno (PP-C) comprende entre un 9,0 y un 40,0 % en peso, más preferentemente entre un 15,0 y un 35,0 % en peso, aún más preferentemente entre un 20,0 y un 30,0 % en peso, por ejemplo entre un 24,0 y un 30 % en peso, de una fracción cristalina que cristaliza en el intervalo de temperaturas de entre por encima de 160 y 170 °C.

25

30

35

[0045] Preferentemente, la composición de polipropileno (PP-C) comprende fracciones cristalinas que cristalizan en el intervalo de temperaturas de

40

(i) entre por encima de 140 y 150 °C

(ii) entre por encima de 150 y 160 °C

(iii) entre por encima de 160 y 170 °C

45

en donde la cantidad de las tres fracciones cristalinas [% en peso] difiere una con respecto a otra en no más de un 5,0 % en peso, preferentemente en no más de un 4,0 % en peso, por ejemplo en no más de un 3,0 % en peso.

[0046] Así, los valores e intervalos definidos anteriormente para la fracción cristalina que cristaliza en el intervalo de temperaturas de entre por encima de 160 y 170 °C es aplicable también para las fracciones cristalinas que cristalizan en el intervalo de temperatura de entre por encima de 150 y 160 °C y por encima de 160 y 170 °C, respectivamente.

50

[0047] Por otro lado, la cantidad de la fracción cristalina que cristaliza por encima de 170 °C es bastante baja, es decir, no mayor que el 5,0 % en peso, preferentemente no mayor que el 3,0 % en peso, más preferentemente no es detectable.

55

[0048] Otra característica de la composición de polipropileno (PP-C) es preferentemente la presencia de la modificación y (fase y o forma  $\gamma$ ) de polipropileno cristalino. Por consiguiente, se valora que la composición de polipropileno (PP-C) tenga una fase  $\gamma$  de más de entre el 10 y el 60 %, más preferentemente de más de entre el 10 y el 50 %, aún más preferentemente de más de entre el 10 y el 45 %, en donde dicha fase  $\gamma$  se ha medido después de segregación isotérmica por pasos (SIST) mediante difracción de rayos x de gran ángulo (WAXS).

60

[0049] Adicionalmente, se valora que la composición de polipropileno (PP-C) tenga

(a) una resistencia al calor Vicat B medida de acuerdo con la ISO 306 (50 N) de por lo menos 95 °C,

más preferentemente de por lo menos 96 °C, por ejemplo en el intervalo de entre 95 y 98 °C o entre 96 y 98 °C, y/o

(b) una temperatura de deformación térmica (HDT-B, 0,45 N/mm<sup>2</sup>) medida de acuerdo con la ISO 75-2 de por lo menos 89 °C, más preferentemente de por lo menos 92 °C, por ejemplo en el intervalo de entre 89 y 97 °C o entre 92 y 96 °C.

10 **[0050]** Un aspecto importante en las películas de condensador es el bajo contenido de cenizas, en caso contrario las propiedades dieléctricas se ven afectadas negativamente. Por consiguiente, se valora, aún cuando la presente composición de polipropileno (PP-C) requiere la presencia de agentes  $\alpha$ -nucleantes (N), que el contenido de cenizas sea bastante bajo, es decir, que tenga un contenido de cenizas medido de acuerdo con la ISO 3451-1 (1997) igual a o por debajo de 60 ppm, más preferentemente igual a o por debajo de 50 ppm, por ejemplo en el intervalo de entre 20 y 15 por debajo de 55 ppm.

**[0051]** Como es habitual, 1 ppm de aditivo se corresponde con 1 mg de aditivo en 1 kg de composición de polipropileno (PP-C).

20 **[0052]** Se pueden lograr resultados especialmente buenos en caso de que la composición de polipropileno (PP-C) comprenda

(a) por lo menos un 70 % en peso, más preferentemente por lo menos un 85 % en peso, aún más preferentemente por lo menos un 90 % en peso, todavía más preferentemente por lo menos un 95 % en peso, del polipropileno (PP),

(b) entre un 0,005 y un 1,5 % en peso, más preferentemente entre un 0,005 y un 0,5 % en peso, aún más preferentemente entre un 0,005 y un 0,1 % en peso, todavía más preferentemente entre un 0,05 y un 0,005 % en peso de los agentes  $\alpha$ -nucleantes (N).

30 **[0053]** Tal como se ha mencionado anteriormente, el polipropileno (PP) es preferentemente el único componente polimérico en la composición de polipropileno (PP-C).

35 **[0054]** Además, la invención se refiere también a una película de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP), en donde la película de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP) comprende por lo menos un 90 % en peso, más preferentemente comprende por lo menos un 90 % en peso, aún más preferentemente está compuesta por la composición de polipropileno (PP-C) que se define en la presente invención. Preferentemente, la película de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP) tiene una relación de estiramiento de por lo menos 4 veces, preferentemente por lo menos 5 veces, en la dirección de la máquina y por lo menos 4 veces, preferentemente por lo 40 menos 5 veces, en la dirección transversal, más preferentemente tiene una relación de estiramiento de por lo menos 9 veces en la dirección de la máquina y por lo menos 5 veces en la dirección transversal.

45 **[0055]** Más preferentemente, la película de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP) tiene una resistencia a la ruptura dieléctrica EB63 % de acuerdo con la IEC 60243 parte 1 (1998) de por lo menos 310 kV/mm, más preferentemente de por lo menos 320 kV/mm, por ejemplo por lo menos 325 kV/mm, medida sobre una película de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP) que tiene una relación de extensión en la dirección de la máquina y en la dirección transversal de 5,0.

50 **[0056]** Adicionalmente, la composición de polipropileno (PP-C) y/o la película de polipropileno orientado biaxialmente (POBB) de la presente invención se puede utilizar en películas de condensador. En tales casos, la película de condensador comprende por lo menos un 80 % en peso, más preferentemente por lo menos un 90 % en peso, aún más preferentemente por lo menos un 99 % en peso de la composición de polipropileno (PP-C) o de la película de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP). En una realización especialmente preferida, la película de condensador está compuesta por la composición de polipropileno (PP-C) o por la película de polipropileno orientado biaxialmente 55 (BOPP) de acuerdo con esta invención.

**[0057]** En lo sucesivo se describe más detalladamente la preparación del polipropileno de la invención.

60 **[0058]** El polipropileno (PP) de la presente invención se ha producido preferentemente en presencia de un catalizador de un único centro activo, en particular en presencia de un catalizador metaloceno, por ejemplo, un catalizador metaloceno de fórmula (I)



en donde

“M” es circonio (Zr) o hafnio (Hf), preferentemente circonio (Zr),

5 cada “X” es independientemente un ligando  $\sigma$  aniónico monovalente,

10 cada “Cp” es un ligando orgánico de tipo ciclopentadienilo seleccionado independientemente del grupo compuesto por ciclopentadienilo sustituido, indenilo sustituido, tetrahidroindenilo sustituido, y fluorenilo sustituido o no sustituido, coordinándose dichos ligandos orgánicos al metal de transición (M),

“R” es un grupo puente bivalente que enlaza dichos ligandos orgánicos (Cp’), y

15 “n” es 1 ó 2, preferentemente 1.

**[0059]** Por consiguiente, la presente invención se refiere también a un proceso para la preparación de una composición de polipropileno (PP-C) que comprende la etapa de la preparación del polipropileno (PP)

20 (a) polimerizando propileno y opcionalmente etileno y/o por lo menos una  $\alpha$ -olefina  $C_4$  a  $C_{20}$  en presencia de un sistema catalizador sólido, comprendiendo dicho sistema catalizador sólido

(i) un compuesto de metal de transición de fórmula (I)



25

en donde

“M” es circonio (Zr) o hafnio (Hf), preferentemente circonio (Zr),

30 cada “X” es independientemente un ligando  $\sigma$  aniónico monovalente,

35 cada “Cp’ ” es un ligando orgánico de tipo ciclopentadienilo seleccionado independientemente del grupo compuesto por ciclopentadienilo sustituido, indenilo sustituido, tetrahidroindenilo sustituido, y fluorenilo sustituido o no sustituido, coordinándose dichos ligandos orgánicos al metal de transición (M),

“R” es un grupo puente bivalente que enlaza dichos ligandos orgánicos (Cp’), y

40 “n” es 1 ó 2, preferentemente 1.

(ii) opcionalmente un cocatalizador que comprende un elemento del grupo 13 de la tabla periódica (IUPAC), preferentemente un cocatalizador que comprende un compuesto de A1,

45 (b) mezclando en fusión dicho polipropileno (PP) obtenido en la etapa (a) con un agente  $\alpha$ -nucleante (N) obteniendo la composición de polipropileno (PP-C), y

(c) opcionalmente estirando dicha composición de polipropileno (PP-C) hasta una película orientada biaxialmente.

50 **[0060]** En una realización específica, el polipropileno (PP) se puede obtener en particular, más preferentemente se obtiene, por medio de un sistema catalizador sólido que comprende el metalloceno de fórmula (I), dicho sistema de catalizador tiene una superficie menor que  $15 \text{ m}^2/\text{g}$ , incluso menor que  $10 \text{ m}^2/\text{g}$  y de la forma más preferida menor que  $5 \text{ m}^2/\text{g}$ , la cual es el límite de medición inferior. El área superficial de acuerdo con esta invención se mide según la ASTM D 3663 ( $N_2$ ).

55

**[0061]** De forma alternativa o adicional, se valora que dicho sistema catalizador sólido tenga una porosidad menor que  $1,30 \text{ ml/g}$  y más preferentemente menor que  $1,00 \text{ ml/g}$ . La porosidad se ha medido de acuerdo con la ASTM 4641 ( $N_2$ ). En otra realización preferida, la porosidad no es detectable cuando se determina con el método aplicado de acuerdo con la ASTM 4641 ( $N_2$ ).

60

**[0062]** Además, dicho sistema catalizador sólido tiene típicamente un tamaño medio de las partículas no mayor que  $500 \mu\text{m}$ , es decir, preferentemente en el intervalo de entre  $2$  y  $500 \mu\text{m}$ , más preferentemente entre  $5$  y  $200 \mu\text{m}$ . En particular se prefiere que el tamaño medio de las partículas esté por debajo de  $80 \mu\text{m}$ , todavía más preferentemente por debajo de  $70 \mu\text{m}$ . Un intervalo preferido para el tamaño medio de las partículas es entre  $5$  y  $70 \mu\text{m}$ , o incluso entre  $10$  y  $60 \mu\text{m}$ .

**[0063]** Tal como se ha mencionado anteriormente, el metal de transición (M) es circonio (Zr) o hafnio (Hf), preferentemente circonio (Zr).

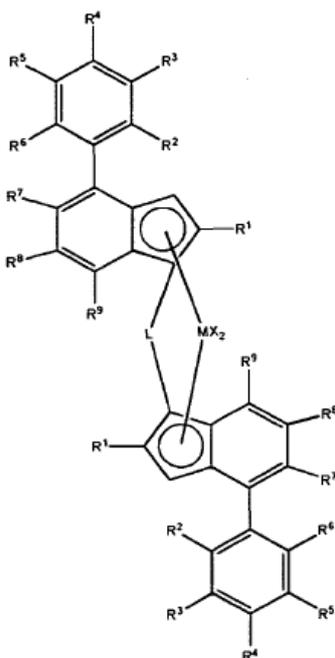
5 **[0064]** La expresión "ligando  $\sigma$ " se interpreta en toda la descripción según una manera conocida, es decir, un grupo unido al metal a través de un enlace sigma. Así, los ligandos aniónicos "X" pueden ser independientemente halógeno o se pueden seleccionar del grupo compuesto por el grupo R', OR', SiR'<sub>3</sub>, OSiR'<sub>3</sub>, OSO<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>, OCOR', SR', NR'<sub>2</sub> ó PR'<sub>2</sub> en donde R' es independientemente hidrógeno, un alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>, alquenilo C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, alquinilo C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, cicloalquilo C<sub>3</sub> a C<sub>12</sub>, arilo C<sub>6</sub> a C<sub>20</sub>, arilalquilo C<sub>7</sub> a C<sub>20</sub>, alquilarilo C<sub>7</sub> a C<sub>20</sub>, arilalquenilo C<sub>8</sub> a C<sub>20</sub>, lineal o ramificado, cíclico o acíclico, en el cual el grupo R' puede contener opcionalmente uno o más heteroátomos pertenecientes a los grupos 14 a 16. En una  
10 realización preferida, los ligandos aniónicos "X" son idénticos y uno entre halógeno, como Cl, o metilo o bencilo.

**[0065]** Un ligando aniónico monovalente preferido es halógeno, en particular cloro (Cl).

15 **[0066]** El(los) ligando(s) de tipo ciclopentadienilo sustituido(s) puede(n) tener uno o más sustituyente(s) que se selecciona(n) del grupo compuesto por halógeno, hidrocarbilo (por ejemplo, alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>, alquenilo C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, alquinilo C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, cicloalquilo C<sub>3</sub> a C<sub>20</sub>, por ejemplo, cicloalquilo C<sub>5</sub> a C<sub>20</sub> alquil C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub> sustituido, arilo C<sub>6</sub> a C<sub>20</sub>, alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>, cicloalquil C<sub>5</sub> a C<sub>20</sub> sustituido, en donde el residuo de cicloalquilo se sustituye por alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>, arilalquilo C<sub>7</sub> a C<sub>20</sub>, cicloalquilo C<sub>3</sub> a C<sub>12</sub> que contiene 1, 2, 3 ó 4 heteroátomo(s) en la fracción del anillo, heteroarilo C<sub>6</sub> a C<sub>20</sub>, haloalquilo C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>, SiR'<sub>3</sub>, -SR'', -PR''<sub>2</sub> ó -NR''<sub>2</sub>, cada R'' es independientemente un hidrógeno o hidrocarbilo (por ejemplo, alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>, alquenilo C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>, alquinilo C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, cicloalquilo C<sub>3</sub> a C<sub>12</sub>, ó arilo C<sub>6</sub> a C<sub>20</sub>) o, por ejemplo, en caso de -NR''<sub>2</sub>, los dos sustituyentes R'' pueden formar un anillo, por ejemplo, un anillo de cinco o seis miembros, junto con el átomo de nitrógeno al que están unidos.

25 **[0067]** Además, "R" de la fórmula (I) es preferentemente un puente de 1 a 4 átomos, siendo independientemente dichos átomos, un(os) átomo(s) carbono (C), silicio (Si), germanio (Ge) u oxígeno (O), con lo cual cada uno de los átomos del puente puede ser portador independientemente de sustituyentes, tales como hidrocarbilo C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>, tri(alquil C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>)sililo, tri(alquil C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>) siloxi y más preferentemente "R" es un puente de un átomo como, por ejemplo -SiR'''<sub>2</sub>-, en donde cada R''' es independientemente alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>, alquenilo C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, alquinilo C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, cicloalquilo C<sub>3</sub> a C<sub>12</sub>, arilo C<sub>6</sub> a C<sub>20</sub>, alquilarilo o arilalquilo, o un residuo de tri(alquil C<sub>1</sub> a C<sub>20</sub>)sililo, tal como trimetilsilil-, o los dos R''' pueden ser parte de un sistema de anillo que incluye el átomo de puente de Si.

**[0068]** En una realización preferida, el catalizador metalloceno, es decir, el compuesto de metal de transición, tiene la fórmula (II)



en donde

M es circonio (Zr) o hafnio (Hf), preferentemente circonio (Zr),

- X son ligandos con un enlace  $\sigma$  al metal "M" preferentemente aquellos que se han definido anteriormente para la fórmula (I), preferentemente cloro (Cl), o metilo ( $\text{CH}_3$ ), prefiriéndose especialmente el primero,
- 5  $R^1$  son iguales o diferentes entre sí, preferentemente iguales, y se seleccionan del grupo compuesto por alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  saturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  insaturado lineal, alquilo  $C_1$ - $C_{20}$  saturado ramificado, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  insaturado ramificado, cicloalquilo  $C_3$  a  $C_{20}$ , arilo  $C_6$  a  $C_{20}$ , alquilarilo  $C_7$  a  $C_{20}$ , y arilalquilo  $C_7$  a  $C_{20}$ , que contienen opcionalmente uno o más heteroátomos de los grupos 14 a 16 de la Tabla Periódica (IUPAC), preferentemente son iguales o diferentes entre sí, preferentemente iguales, y son hidrocarbilo  $C_1$  a  $C_{10}$  lineal o ramificado, más preferentemente son iguales o diferentes entre sí, preferentemente iguales, y son alquilo  $C_1$  a  $C_6$  lineal o ramificado,
- 10  $R^2$  a  $R^6$  son iguales o diferentes entre sí y se seleccionan del grupo compuesto por hidrógeno, alquilo  $C_1$ - $C_{20}$  saturado lineal, alquilo  $C_1$ - $C_{20}$  insaturado lineal, alquilo  $C_1$ - $C_{20}$  saturado ramificado, alquilo  $C_1$ - $C_{20}$  insaturado ramificado, cicloalquilo  $C_3$ - $C_{20}$ , arilo  $C_6$ - $C_{20}$ , alquilarilo  $C_7$ - $C_{20}$ , y arilalquilo  $C_7$ - $C_{20}$ , que contienen opcionalmente uno o más heteroátomos de los grupos 14 a 16 de la Tabla Periódica (IUPAC), preferentemente son iguales o diferentes entre sí y son hidrocarbilo lineal o ramificado  $C_1$  a  $C_{10}$ , más preferentemente son iguales o diferentes entre sí y son alquilo  $C_1$  a  $C_6$  lineal o ramificado,
- 15  $R^7$  y  $R^8$  son iguales o diferentes entre sí y seleccionados del grupo compuesto por hidrógeno, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  saturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  insaturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  saturado ramificado, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  insaturado ramificado, cicloalquilo  $C_3$  a  $C_{20}$ , arilo  $C_6$  a  $C_{20}$ , alquilarilo  $C_7$  a  $C_{20}$ , arilalquilo  $C_7$  a  $C_{20}$ , que contienen opcionalmente uno o más heteroátomos de los grupos 14 a 16 de la Tabla Periódica (IUPAC),  $\text{SiR}^{10}_3$ ,  $\text{GeR}^{10}_3$ ,  $\text{OR}^{10}$ ,  $\text{SR}^{10}$ , y  $\text{NR}^{10}_2$ , en donde
- 20  $R^{10}$  se selecciona del grupo compuesto por alquilo  $C_1$ - $C_{20}$  saturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  insaturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  saturado ramificado, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  insaturado ramificado, cicloalquilo  $C_3$  a  $C_{20}$ , arilo  $C_6$  a  $C_{20}$ , alquilarilo  $C_7$  a  $C_{20}$ , y arilalquilo  $C_7$  a  $C_{20}$ , que contienen opcionalmente uno o más heteroátomos de los grupos 14 a 16 de la Tabla Periódica (IUPAC),
- 25 y/o  $R^7$  y  $R^8$  son opcionalmente parte de un sistema de anillo de carbonos  $C_4$  a  $C_{20}$  junto con los carbonos del indenilo a los que están unidos, preferentemente un anillo de  $C_5$ , opcionalmente un átomo de carbono se puede sustituir por un átomo de nitrógeno, azufre u oxígeno,
- 30  $R^9$  son iguales o diferentes entre sí y se seleccionan del grupo compuesto por hidrógeno, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  saturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  insaturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  saturado ramificado, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  insaturado ramificado, cicloalquilo  $C_3$  a  $C_{20}$ , arilo  $C_6$  a  $C_{20}$ , alquilarilo  $C_7$  a  $C_{20}$ , arilalquilo  $C_7$  a  $C_{20}$ ,  $\text{OR}^{10}$ , y  $\text{SR}^{10}$ , preferentemente  $R^9$  son iguales o diferentes entre sí y son H ó  $\text{CH}_3$ , en donde  $R^{10}$  se define como anteriormente,
- 35 L es un grupo bivalente que puentea los dos ligandos de indenilo, siendo preferentemente una unidad de  $\text{C}_2\text{R}^{11}_4$  ó un  $\text{SiR}^{11}_2$  ó  $\text{GeR}^{11}_2$ , en donde
- 40  $R^{11}$  se selecciona del grupo compuesto por H, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  saturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  insaturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  saturado ramificado, alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$  insaturado ramificado, cicloalquilo  $C_3$  a  $C_{20}$ , arilo  $C_6$  a  $C_{20}$ , alquilarilo  $C_7$  a  $C_{20}$  ó arilalquilo  $C_7$  a  $C_{20}$ , que contienen opcionalmente uno o más heteroátomos de los grupos 14 a 16 de la Tabla Periódica (IUPAC), preferentemente  $\text{Si}(\text{CH}_3)_2$ ,  $\text{SiCH}_3\text{C}_6\text{H}_{11}$ , o  $\text{SiPh}_2$ , en donde  $\text{C}_6\text{H}_{11}$  es ciclohexilo.
- 45 **[0069]** Preferentemente, el compuesto de metal de transición de fórmula (II) tiene simetría  $C_2$  o pseudosimetría  $C_2$ . En relación con la definición de simetría, se remite a Resconi et al. *Chemical Reviews*, 2000, vol. 100, n.º 4 1263 y a las referencias citadas en la presente.
- 50 **[0070]** Preferentemente los residuos  $R^1$  son iguales o diferentes entre sí, más preferentemente iguales, y se seleccionan del grupo compuesto por alquilo  $C_1$  a  $C_{10}$  saturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_{10}$  insaturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_{10}$  saturado ramificado, alquilo  $C_1$  a  $C_{10}$  insaturado ramificado y arilalquilo  $C_7$  a  $C_{12}$ . Aún más preferentemente, los residuos  $R^1$  son iguales o diferentes entre sí, más preferentemente iguales, y se seleccionan del grupo compuesto por alquilo  $C_1$  a  $C_6$  saturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_6$  insaturado lineal, alquilo  $C_1$  a  $C_6$  saturado ramificado, alquilo  $C_1$  a  $C_6$  insaturado ramificado y aril  $C_7$  a  $C_{10}$ . Aún más preferentemente, los residuos  $R^1$  son iguales o diferentes entre sí, más preferentemente iguales, y se seleccionan del grupo compuesto por hidrocarbilo  $C_1$  a  $C_4$  lineal o ramificado, tal como, por ejemplo, metilo o etilo.
- 60 **[0071]** Preferentemente, los residuos  $R^2$  a  $R^6$  son iguales o diferentes entre sí y son alquilo  $C_1$  a  $C_4$  saturado lineal o alquilo  $C_1$  a  $C_4$  saturado ramificado. Aún más preferentemente, los residuos  $R^2$  a  $R^6$  son iguales o diferentes entre sí, más preferentemente iguales, y se seleccionan del grupo compuesto por metilo, etilo, iso-propilo y tert-butilo.

**[0072]** Preferentemente, R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup> son iguales o diferentes entre sí y se seleccionan de entre hidrógeno y metilo, o son parte de un anillo de 5 metilenos que incluye los dos carbonos del anillo de indenilo a los que están unidos. En otra realización preferida, R<sup>7</sup> se selecciona de entre OCH<sub>3</sub> y OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, y R<sup>8</sup> es tert-butilo.

**[0073]** En una realización preferida, el compuesto de metal de transición es dicloruro de rac-metil(ciclohexil)silanodiil bis(2-metil-4-(4-tert-butilfenil)indenil)circonio.

**[0074]** Preferentemente dicho sistema catalizador sólido comprende adicionalmente un cocatalizador que comprende un elemento del grupo 13 de la tabla periódica (IUPAC), por ejemplo el cocatalizador comprende un compuesto de A1.

**[0075]** Son ejemplos de dicho catalizador compuestos de organo aluminio, tales como compuestos de aluminoxano.

**[0076]** Dichos compuestos de A1, preferentemente aluminoxanos, se pueden usar como el único compuesto del cocatalizador o junto con otro(s) compuesto(s) del cocatalizador. Así, aparte o además de los compuestos de A1, es decir, los aluminoxanos, se pueden usar otros compuestos del cocatalizador formadores de complejos catiónicos, como compuestos de boro. Dichos cocatalizadores están disponibles comercialmente o se pueden preparar de acuerdo con la bibliografía de la técnica anterior. No obstante, preferentemente, en la elaboración del sistema catalizador sólido, se utilizan únicamente compuestos de A1 como cocatalizador.

**[0077]** En particular, los cocatalizadores preferidos son los aluminoxanos, en particular los alquilaluminoxanos C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub>, más particularmente el metilaluminoxano (MAO).

**[0078]** Preferentemente, el compuesto de organo-circonio de fórmula (I) (o fórmula (II)) y el cocatalizador del sistema catalizador sólido representan por lo menos el 70 % en peso, más preferentemente por lo menos el 80 % en peso, incluso más preferentemente por lo menos el 90 % en peso, incluso aún más preferentemente por lo menos el 95 % en peso del sistema catalizador sólido. Así, se valora que el sistema catalizador sólido se caracterice por el hecho de ser autoportante, es decir, que no comprenda ningún material de soporte catalíticamente inerte, como, por ejemplo, sílice, alúmina o MgCl<sub>2</sub> o material polimérico poroso, el cual por otro lado se usa comúnmente en sistemas catalizadores heterogéneos, es decir, el catalizador no está sustentado sobre un material de soporte o portador externo. Como consecuencia de ello, el sistema catalizador sólido es autoportante y presenta un área superficial bastante baja.

**[0079]** En una realización, el sistema catalizador metaloceno sólido se obtiene por medio de la tecnología de solidificación en emulsión, cuyos principios básicos se describen en el documento WO 03/051934.

**[0080]** Por tanto, el sistema catalizador sólido está preferentemente en forma de partículas de catalizador sólidas, obtenibles mediante un proceso que comprende las etapas de

- a) preparar una solución de uno o más componentes del catalizador;
- b) dispersar dicha solución en un segundo disolvente para formar una emulsión en la cual dicho o dichos componentes del catalizador están presentes en las gotitas de la fase dispersa,
- c) solidificar dicha fase dispersa para convertir dichas gotitas en partículas sólidas y opcionalmente recuperar dichas partículas para obtener dicho catalizador.

**[0081]** Preferentemente, se usa un primer disolvente, más preferentemente un primer disolvente orgánico, para formar dicha solución. Todavía más preferentemente, el disolvente orgánico se selecciona del grupo compuesto por alcano lineal, alcano cíclico, hidrocarburo aromático e hidrocarburo que contiene halógenos.

**[0082]** Por otra parte, el segundo disolvente que forma la fase continua es un disolvente inerte con respecto a componentes del catalizador. El segundo disolvente podría ser inmisible con respecto a la solución de los componentes del catalizador por lo menos en las condiciones (como temperatura) de la etapa de dispersión. La expresión "inmisible con la solución del catalizador" significa que el segundo disolvente (fase continua) es completamente inmisible o parcialmente inmisible, es decir, no completamente miscible con la solución de la fase dispersa.

**[0083]** Preferentemente el disolvente inmisible comprende un disolvente orgánico fluorado y/o un derivado funcionalizado del mismo, todavía más preferentemente el disolvente inmisible comprende un hidrocarburo semi-, altamente o perfluorado y/o un derivado funcionalizado del mismo. En particular se prefiere que dicho disolvente inmisible comprenda un perfluorohidrocarburo o un derivado funcionalizado del mismo, preferentemente perfluoroalcanos, -alquenos o -cicloalcanos C<sub>3</sub>-C<sub>30</sub>, más preferentemente perfluoro-alcanos, -alquenos o -cicloalcanos C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub>, de forma particularmente preferente perfluorohexano, perfluoroheptano, perfluorooctano o perfluoro (metilciclohexano) o perfluoro (1,3- dimetilciclohexano o una mezcla de los mismos).

5 **[0084]** Además, se prefiere que la emulsión que comprende dicha fase continua y dicha dispersa sea un sistema bi- o multifásico tal como es sabido en la técnica. Se puede usar un emulsionante para formar y estabilizar la emulsión. Después de la formación del sistema de emulsión, dicho catalizador se forma in situ a partir de componentes del catalizador en dicha solución.

10 **[0085]** En principio, el agente emulsionante puede ser cualquier agente adecuado que contribuya a la formación y/o estabilización de la emulsión y que no tenga ningún efecto negativo sobre la actividad catalítica del catalizador. El agente emulsionante puede ser, por ejemplo, un surfactante basado en hidrocarburos opcionalmente interrumpidos con (a) heteroátomo(s), preferentemente hidrocarburos halogenados que tienen opcionalmente un grupo funcional, preferentemente hidrocarburos semi-, altamente perfluorados tal como es sabido en la técnica. Alternativamente, el agente emulsionante se puede preparar durante la preparación de la emulsión, por ejemplo, haciendo reaccionar un precursor del surfactante con un compuesto de la solución del catalizador. Dicho precursor del surfactante puede ser un hidrocarburo halogenado con por lo menos un grupo funcional, por ejemplo, un alcohol C1-n (adecuadamente C4-30 ó C5-15) altamente fluorado (por ejemplo, heptanol, octanol o nonanol altamente fluorado), óxido (por ejemplo, propenóxido) o éster de acrilato que reaccione, por ejemplo, con un componente del catalizador, tal como aluminóxano para formar el surfactante "real".

20 **[0086]** En principio, se puede usar cualquier método de solidificación para formar las partículas sólidas a partir de las gotitas dispersadas. De acuerdo con una realización preferible, la solidificación se efectúa por medio de un tratamiento con cambio de temperatura. Por lo tanto, la emulsión se somete a un cambio de temperatura gradual de hasta 10°C/min, preferentemente entre 0,5 y 6°C/min y más preferentemente entre 1 y 5°C/min. Aún más preferentemente, la emulsión se somete a un cambio de temperatura de más de 40°C, preferentemente más de 50°C en menos de 10 segundos, preferentemente en menos de 6 segundos.

25 **[0087]** Para obtener detalles, realizaciones y ejemplos adicionales del sistema de fase continua y dispersa, el método de formación de la emulsión, el agente emulsionante y los métodos de solidificación, se hace referencia, por ejemplo, a la solicitud de patente internacional antes citada WO 03/051934.

30 **[0088]** La totalidad o parte de las etapas de preparación se puede realizar de una manera continua. Se hace referencia al documento WO 2006/069733 que describe principios de dichos métodos de preparación continuos o semicontinuos de los tipos de catalizador sólido, preparados por medio de un método de emulsión/solidificación.

35 **[0089]** Los componentes del catalizador antes descritos se preparan de acuerdo con los métodos descritos en el documento WO 01/48034.

40 **[0090]** La polimerización del polipropileno (PP) puede ser una polimerización en masa, preferentemente llevada a cabo en un reactor denominado de bucle. Alternativamente, la polimerización del polipropileno (PP) es una polimerización de dos fases llevada a cabo en una combinación de un reactor de bucle que funciona en fase de suspensión (*slurry*) y un reactor de fase gaseosa tal como se aplica, por ejemplo, en el proceso de polipropileno Borstar.

**[0091]** Preferentemente, en el proceso para producir el polipropileno (PP) según se ha definido anteriormente, las condiciones para el reactor de masa de la etapa pueden ser las siguientes:

- 45 - la temperatura está dentro del intervalo de entre 40°C y 110°C, preferentemente entre 60°C y 100°C, entre 70 y 90°C,
- la presión está dentro del intervalo de entre 20 bares y 80 bares, preferentemente entre 30 bares y 60 bares,
- 50 - se puede adicionar hidrógeno para controlar la masa molar según una manera conocida de por sí.

**[0092]** Posteriormente, la mezcla de reacción del reactor de masa (*bulk*) se transfiere al reactor de fase gaseosa, con lo cual las condiciones son preferentemente las siguientes:

- 55 - la temperatura está dentro del intervalo de entre 50°C y 130°C, preferentemente entre 60°C y 100°C,
- la presión está dentro del intervalo de entre 5 bares y 50 bares, preferentemente entre 15 bares y 35 bares,
- 60 - se puede adicionar hidrógeno para controlar la masa molar según una manera conocida de por sí.

**[0093]** El tiempo de residencia puede variar en las zonas de ambos reactores. En una realización del proceso para producir el polipropileno (PP), el tiempo de residencia en el reactor de masa, por ejemplo, bucle, está en el intervalo de entre 0,5 horas, por ejemplo, entre 0,5 y 2 horas, y el tiempo de residencia en el reactor de fase gaseosa será generalmente de entre 1 y 8 horas.

[0094] Si se desea, la polimerización se puede efectuar de una manera conocida bajo condiciones supercríticas en el reactor de masa, preferentemente de bucle, y/o como un modo condensado en el reactor de fase gaseosa.

5 [0095] Tal como se ha mencionado anteriormente, el polipropileno (PP) así obtenido se mezcla en fusión posteriormente con por lo menos el agente  $\alpha$ -nucleante (N) o con una mezcla maestra de polipropileno que contiene el agente  $\alpha$ -nucleante (N) deseado en dispositivos mezcladores adecuados, que incluyen en particular extrusoras, como extrusoras de un solo husillo así como extrusoras de doble husillo. Otros dispositivos mezcladores en fusión adecuados incluyen  
10 que incluyen secciones de mezcla y amasamiento de alta intensidad. Las temperaturas de fusión adecuadas para preparar la composición de polipropileno (PP-C) están en el intervalo de entre 170 y 300°C, preferentemente entre el intervalo de 200 y 260°C y una velocidad de los husillos de entre 50 y 300 rpm.

15 [0096] Además, para la elaboración de una película de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP) y/o una película de condensador de acuerdo con esta invención, el polipropileno (PP) según se define en la presente se estira biaxialmente tal como es sabido en la técnica. Preferentemente se aplica el método de la rama tensora (*tenter*) conocido en la técnica.

20 [0097] El método de la rama tensora es en particular un método en el que el polipropileno (PP) según se define en la presente se extruye en fusión desde una matriz de rendija, tal como una matriz de T, y se enfría sobre un tambor de enfriamiento obteniendo una lámina no extendida. Dicha lámina se pre-calienta, por ejemplo, con un conjunto de rodillos metálicos calentados, y a continuación se extiende en la dirección longitudinal entre una pluralidad de rodillos sobre los cuales se establece una diferencia de velocidades periféricas, y a continuación ambos bordes se cogen con agarradores y la lámina se extiende en la dirección transversal en un horno por medio de una rama tensora (*tenter*) dando como  
25 resultado una película extendida biaxialmente. La temperatura de dicha lámina estirada durante la extensión longitudinal se controla preferentemente de tal manera que esté por debajo de la temperatura del punto de fusión del polipropileno (PP) según se define en la presente (entre 5 y 15°C por debajo de  $T_m$ ). La uniformidad del grosor de la película en la extensión transversal se puede evaluar con el método en el que en una región fija de la película se aplica una máscara después de la extensión en la dirección longitudinal y se mide el factor de extensión real a través de la medición del  
30 espaciamiento de dicha máscara después de la extensión transversal.

[0098] Posteriormente, la película se puede tratar mediante descarga de efecto corona en aire, nitrógeno, gas de dióxido de carbono o cualquiera de las mezclas sobre la superficie a metalizar, para mejorar la fuerza adhesiva con respecto al metal a depositar, y se puede enrollar mediante una bobinadora.

35 [0099] La película obtenida se puede montar en un metalizador al vacío. A continuación, se deposita el metal adecuado para la finalidad en cuestión con el fin de lograr una resistencia de capa predeterminada. Además, según se requiera, la metalización se lleva a cabo a través de una placa limitadora de la deposición, en forma de peine, para cambiar continuamente el valor de resistencia en la dirección transversal de la película. La película metalizada se corta para formar dos carretes metalizados en forma de un par con el fin de conseguir un dispositivo de condensador. A continuación, los carretes se enrollan para formar un dispositivo, y el dispositivo se constituye de manera que sea plano mediante una prensa térmica con el fin de elaborar finalmente un condensador.

40 [0100] Por otra parte, la presente invención se refiere al uso de la película de condensador según se define en la presente, en un condensador.

[0101] Adicionalmente, la presente invención se refiere a un condensador que comprende por lo menos una capa que comprende una película de condensador tal como se define en la presente. Adicionalmente, se prefiere que el condensador comprenda una capa metálica, en particular una capa metálica obtenida mediante el proceso antes  
50 descrito.

[0102] A continuación se describirá la presente invención de forma más detallada por medio de los siguientes ejemplos.

## Ejemplos

55

### A. Métodos de medición

[0103] Las siguientes definiciones de términos y métodos de determinación se aplican para la anterior descripción general de la invención, así como en los ejemplos posteriores a no ser que se defina lo contrario.

60

### Cuantificación de la microestructura por espectroscopia NMR

[0104] Se usó espectroscopia de resonancia magnética nuclear (NMR) cuantitativa para cuantificar la isotacticidad, la regio-regularidad y el contenido de comónómeros de los polímeros.

- 5 [0105] Se registraron espectros de NMR  $^{13}\text{C}$   $\{^1\text{H}\}$  cuantitativa en estado de solución usando un espectrómetro de NMR Bruker Advance III 400 que funcionaba a 400,15 y 100,62 MHz para  $^1\text{H}$  y  $^{13}\text{C}$  respectivamente. Todos los espectros se registraron usando un cabezal de sonda de temperatura extendida, de 10 mm, optimizado para  $^{13}\text{C}$ , a 125 °C, usando gas nitrógeno para todos los componentes neumáticos.
- 10 [0106] Para homopolímeros de polipropileno, se disolvieron aproximadamente 200 mg de material en 1,2-tetracloroetano- $d_2$  (TCE- $d_2$ ). Para garantizar una solución homogénea, después de la preparación de la muestra inicial en un bloque calefactor, el tubo de NMR se calentó adicionalmente en un horno rotatorio durante por lo menos 1 hora. Tras la inserción en el imán, el tubo se hizo girar a 10 Hz. Esta configuración se escogió principalmente por la alta resolución necesaria para la cuantificación de la distribución de la tacticidad (Busico, V., Cipullo, R., *Prog. Polym. Sci.* 26 (2001) 443; Busico, V.; Cipullo, R., Monaco, G., Vacatello, M., Segre, A.L., *Macromolecules* 30 (1997) 6251). Se utilizó la excitación convencional de un solo impulso haciendo uso del esquema de desacoplamiento WALTZ16 bi-nivel y NOE (Zhou, Z., Kuemmerle, R., Qiu, X., Redwine, D., Cong, R., Taha, A., Baugh, D. Winniford, B., *J. Mag. Reson.* 187 (2007) 225; Busico, v., Carbonniere, P., Cipullo, R., Pellicchia, R., Severn, J., Talarico, G., *Macromol. Rapid Commun.* 2007, 28, 11289). Se adquirió un total de 8.192 (8k) transitorios por espectro.
- 20 [0107] Para copolímeros de etileno-propileno, aproximadamente 200 mg de material se disolvieron en 3 ml de 1,2-tetracloroetano- $d_2$  (TCE- $d_2$ ) junto con acetilacetonato de cromo (III) ( $\text{Cr}(\text{acac})_3$ ) dando como resultado una solución 65 mM de agente de relajación en disolvente (Singh, H., Kothari, A., Gupta, V., *Polymer Testing* 28 5 (2009), 475). Para garantizar una solución homogénea, después de la preparación de la muestra inicial en un bloque calefactor el tubo de NMR se calentó adicionalmente en un horno rotatorio durante por lo menos 1 hora. Tras la inserción en el imán, el tubo se hizo girar a 10 Hz. Esta configuración se escogió principalmente por la alta resolución y es cuantitativamente necesaria para una cuantificación precisa del contenido de etileno. Se utilizó una excitación convencional de un solo impulso sin NOE, usando un ángulo de inclinación optimizado, un retardo de recirculación de 1 s y un esquema de desacoplamiento WALTZ16 bi-nivel (Zhou, Z., Kuemmerle, R., Qiu, X., Redwine, D., Cong, R., Taha, A., Baugh, D. Winniford, B., *J. Mag. Reson.* 187 (2007) 225; Busico, V., Carbonniere, P., Cipullo, R., Pellicchia, R., Severn, J., Talarico, G., *Macromol. Rapid Commun.* 2007, 28, 11289). Se adquirió un total de 6.144 (6k) transitorios por espectro.
- 30 [0108] Se procesaron y se integraron los espectros de NMR  $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$  cuantitativa y se determinaron las propiedades cuantitativas relevantes a partir de las integrales usando programas de ordenador privativos.
- [0109] Para copolímeros de etileno-propileno todos los desplazamientos químicos se remitieron indirectamente al grupo metileno central del bloque de etileno (EEE) a 30,00 ppm usando el desplazamiento químico del disolvente. Este planteamiento permitió una remisión comparable incluso cuando esta unidad estructural no estaba presente.
- 35 [0110] Para homopolímeros de polipropileno, todos los desplazamientos químicos se remitieron internamente a la pentada isotáctica de metilo (mmmm) a 21,85 ppm.
- 40 [0111] Se observaron señales características correspondientes a regio defectos (Resconi, L., Cavallo, L., Fait, A., Piemontesi, F., *Chem. Rev.* 2000, 100, 1253; Wang, W-J., Zhu, S., *Macromolecules* 33 (2000), 1157; Cheng, H. N., *Macromolecules* 17 (1984), 1950) o comonomero.
- 45 [0112] La distribución de la tacticidad se cuantificó a través de la integración de la región de metilo entre 23,6 y 19,7 ppm corrigiendo cualquier sitio no relacionado con las estéreo-secuencias de interés (Busico, V., Cipullo, R., *Prog. Polym. Sci.* 26 (2001) 443; Busico, V., Cipullo, R., Monaco, G., Vacatello, M., Segre, A.L., *Macromolecules* 30 (1997) 6251).
- 50 [0113] Específicamente, se corrigió la influencia de los regio-defectos y el comonomero sobre la cuantificación de la distribución de la tacticidad mediante la resta de integrales representativas de regio-defectos y comonomeros con respecto a las regiones de integrales específicas de las estéreo-secuencias.
- [0114] La isotacticidad se determinó en el nivel de las pentadas y se comunicó como el porcentaje de secuencias de pentadas isotácticas (mmmm) con respecto a todas las secuencias de pentadas:
- 55 
$$[\text{mmmm}] \% = 100 * (\text{mmmm} / \text{suma de todas las pentadas})$$
- [0115] Se indicó la presencia de regio-defectos 2,1 eritro mediante la presencia de los dos sitios de metilo en 17,7 y 17,2 ppm y la misma se confirmó mediante otros sitios característicos.
- 60 [0116] No se observaron señales características correspondientes a otros tipos de regio-defectos (Resconi, L., Cavallo, L., Fait, A., Piemontesi, F., *Chem. Rev.* 2000, 100, 1253).

[0117] Se cuantificó la cantidad de regio-defectos 2,1 eritro usando la integral promedio de los dos sitios de metilo característicos en 17,7 y 17,2 ppm:

$$P_{21e} = (I_{e6} + I_{e8}) / 2$$

[0118] Se cuantificó la cantidad de propeno insertado primario 1,2 basándose en la región de metilo, llevándose a cabo una corrección para sitios incluidos en esta región no relacionados con la inserción primaria y para sitios de inserción primaria excluidos de esta región:

$$P_{12} = I_{CH3} + P_{12e}$$

[0119] Se cuantificó la cantidad total de propeno como la suma de propeno insertado primario y la totalidad del resto de regio-defectos presentes:

$$P_{total} = P_{12} + P_{21e}$$

[0120] Se cuantificó el porcentaje molar de regio-defectos 2,1 eritro con respecto a todo el propeno:

$$[21e] \text{ mol\%} = 100 * (P_{21e} / P_{total})$$

[0121] Para los copolímeros, se observaron señales características correspondientes a la incorporación de etileno (Cheng, H. N., *Macromolecules* 17 (1984), 1950).

[0122] Habiéndose observado también regio-defectos (Resconi, L., Cavallo, L., Fait, A., Piemontesi, F., *Chem. Rev.* 2000, 100, 1253; Wang, W-J., Zhu, S., *Macromolecules* 33 (2000), 1157; Cheng, H. N., *Macromolecules* 17 (1984), 1950) se requirió una corrección para la influencia de dichos defectos sobre el contenido de comonómeros.

[0123] Se cuantificó la fracción molar de etileno en el polímero usando el método de Wang et. al. (Wang, W-J., Zhu, s., *Macromolecules* 33 (2000), 1157) usando la integración de múltiples señales por la región espectral completa de un espectro de  $^{13}C\{^1H\}$  adquirido con el uso de condiciones definidas. Este método se escogió por su precisión, naturaleza robusta y capacidad de tener en cuenta la presencia de regio-defectos cuando fuera necesario. Las regiones integrales se ajustaron ligeramente para aumentar su aplicabilidad a un mayor intervalo de contenido de comonómeros.

[0124] La incorporación de comonómeros en porcentaje molar en el polímero se calculó a partir de la fracción molar de acuerdo con:

$$E \text{ [mol\%]} = 100 * fE$$

[0125] La incorporación de comonómeros en porcentaje en peso en el polímero se calculó a partir de la fracción molar de acuerdo con:

$$E \text{ [peso\%]} = 100 * (fE * 28,05) / ((fE * 28,05) + ((1-fE) * 42,08))$$

[0126] La distribución de secuencias de comonómeros en el nivel de las triadas se determinó usando el método de Kakugo et al. (Kakugo, M., Naito, Y., Mizunuma, K., Miyatake, T. *Macromolecules* 15 (1982) 1150) a través de la integración de múltiples señales por toda la región espectral completa de un espectro de  $^{13}C\{^1H\}$  adquirido con el uso de condiciones definidas. Este método se escogió por su naturaleza robusta. Las regiones integrales se ajustaron ligeramente para aumentar su aplicabilidad a un mayor intervalo de contenido de comonómeros.

[0127] El porcentaje molar de una secuencia de triadas dada de un comonómero en el polímero se calculó a partir de la fracción molar determinada por el método de Kakugo et al. (Kakugo, M., Naito, Y., Mizunuma, K., Miyatake, T. *Macromolecules* 15 (1982) 1150) de acuerdo con:

$$XXX \text{ [mol\%]} = 100 * fXXX$$

[0128] La incorporación de los comonómeros en fracción molar en el polímero, según se determina a partir de la distribución de secuencias de comonómeros en el nivel de las triadas, se calculó a partir de la distribución de triadas usando relaciones necesarias conocidas (Randall, J. *Macromol. Sci., Rev. Macromol. Chem. Phys.* 1989, C29, 201):

$$fXEX = fEEE + fPEE + fPEP$$

$$fXPX = fPPP + fEPP + fEPE$$

donde PEE y EPP representa la suma de las secuencias reversibles PEE/EEP y EPP/PPE respectivamente.

[0129] La aleatoriedad de la distribución del comonomero se cuantificó como la cantidad relativa de secuencias de etileno aisladas en comparación con todo el etileno incorporado. La aleatoriedad se calculó a partir de la distribución de secuencias de triadas usando la relación:

$$R(E)[\%] = 100 * (fPEP / fXEX)$$

**Valores medios del peso molecular, distribución del peso molecular, índice de ramificación (Mn, Mw, MWD, g') determinados por SEC/VISC-LS**

[0130] Se determinaron por Cromatografía de Permeación en Gel (GPC) de acuerdo con la ISO 16014-4 2003 los valores medios del peso molecular (Mw, Mn), la distribución del peso molecular (MWD) y su amplitud, descrita por el índice de polidispersidad, PDI=Mw/Mn (en donde Mn es el peso molecular medio en número y Mw es el peso molecular medio en peso). Se usó un GPC PL 220 (*Polymer Laboratories*) equipado con un índice de refracción (RI), un viscosímetro en puente de cuatro capilares, en línea (PL-BV 400-HT), y un detector de dispersión de la luz de ángulo dual (detector de dispersión de la luz PL-LS 15/90) con un ángulo de 15° y 90°. Se aplicaron columnas 3x Olexis y 1x Olexis Guard de Polymer Laboratories como fase estacionaria y 1,2,4-triclorobenceno (TCB, estabilizado con 250 mg/L de 2,6-Di tert butil-4-metil-fenol) como fase móvil a 160°C y con un caudal constante de 1 mL/min. Se inyectaron 200 µL de solución de muestra por análisis. Las constantes correspondientes del detector así como los volúmenes de retardo entre detectores se determinaron con un patrón de PS estrecho (MWD = 1,01) con una masa molar de 132.900 g/mol y una viscosidad de 0,4789 dl/g. La dn/dc correspondiente para el patrón de PS usado en TCB es 0,053 cm<sup>3</sup>/g.

[0131] La masa molar en cada rodaja de elución se determinó mediante dispersión de la luz usando una combinación de dos ángulos 15° y 90°. El procesamiento y el cálculo de todos los datos se realizaron usando el Software Cirrus Multi-Offline SEC Versión 3.2 (*Polymer Laboratories a Varian inc. Company*). El peso molecular se calculó usando la opción del software Cirrus "use combination of LS angles" en el campo "sample calculation options subfield slice MW data from".

[0132] El procesamiento de los datos se describe de forma detallada en G. Saunders, P. A. G. Cormack, S. Graham; D. C. Sherrington, *Macromolecules*, 2005, 38, 6418-6422. En esa publicación, se determina el Mw<sub>i</sub> en cada rodaja según el ángulo de 90° mediante la siguiente ecuación:

$$Mw_i = \frac{K_{LS} * R(\theta)^{90^\circ}}{\frac{dn}{ds} * R * P(\theta)}$$

[0133] La relación de Rayleigh R(θ)<sup>90°</sup> del ángulo de 90° se mide mediante el detector de LS y R es la respuesta del detector de RI. La función de dispersión de partículas P(θ) se determina mediante el uso de ambos ángulos (15° y 90°) según describen C. Jackson y H. G. Barth (C. Jackson y H. G. Barth, "Molecular Weight Sensitive Detectors" en *Handbook of Size Exclusion Chromatography and related techniques*, C.-S. Wu, 2ª ed., Marcel Dekker, Nueva York, 2004, pág. 103). Para la región molecular baja y alta en la cual se obtuvo una señal menor del detector de LS o detector de RI respectivamente, se usó un ajuste lineal para establecer una correlación del volumen de elución con el peso molecular correspondiente.

[0134] La dn/dc usada en la ecuación se calcula a partir de la constante del detector correspondiente al detector de RI, la concentración c de la muestra y el área de la respuesta del detector de la muestra analizada. La magnitud relativa de ramificación se determina usando el índice g' de la muestra de polímero ramificado. El índice de ramificación de cadena larga (LCB) se define como g'=[η]<sub>br</sub>/[η]<sub>lin</sub>. Es bien sabido que si el valor g' aumenta, el contenido de ramificación se reduce. [η] es la viscosidad intrínseca a 160 °C en triclorobenceno de la muestra de polímero con un cierto peso molecular y se mide mediante un detector de viscosidad y de concentración en línea. Las viscosidades intrínsecas se midieron según se describe en el manual del Software Cirrus Multi-Offline SEC Versión 3.2 con el uso de la ecuación de Solomon-Gatesman.

[0135] La concentración necesaria de cada rodaja de elución se determina por medio de un detector de RI. [η]<sub>lin</sub> es la viscosidad intrínseca de una muestra lineal y [η]<sub>br</sub> la viscosidad de una muestra ramificada del mismo peso molecular y composición química. El valor medio en número de g'<sub>n</sub> y el valor medio en peso g'<sub>w</sub> se definen como:

$$g'_n = \frac{\sum_0^i a_i * \frac{[\eta]_{br,i}}{[\eta]_{lin,i}}}{\sum a_i}$$

$$g'_w = \frac{\sum_0^i A_i * \left[ \frac{[\eta]_{br,i}}{[\eta]_{lin,i}} \right]}{\sum_0^i A_i * \left( \left[ \frac{[\eta]_{br,i}}{[\eta]_{lin,i}} \right] \right)^2}$$

donde  $a_i$  es  $dW/d\log M$  de la fracción  $i$  y  $A_i$  es la  $dW/d\log M$  acumulada del polímero hasta la fracción  $i$ . La  $[\eta]_{lin}$  de la referencia lineal (PP isotáctico lineal) con respecto al peso molecular se midió con un detector de viscosidad en línea. A continuación se obtuvieron valores de  $K$  y  $\alpha$  ( $K = 30,68 * 10^{-3}$  y  $\alpha = 0,681$ ) a partir de la referencia lineal en el intervalo de pesos moleculares de  $\log m = 4,5-6,1$ . La  $[\eta]_{lin}$  por peso molecular de las rodajas para los cálculos de  $g'$  se calculó mediante la siguiente relación  $[\eta]_{lin,i} = K * M_i^\alpha$ .  $[\eta]_{br,i}$  se midió para cada muestra particular mediante un detector de viscosidad y de concentración en línea.

10 **MFR<sub>2</sub>(230 °C)** se mide de acuerdo con la ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg de carga)

#### **Fracción soluble en xileno en frío (XCS %peso)**

La fracción soluble en xileno en frío (XCS) se determina a 23 °C de acuerdo con la ISO 6427.

Se supone que el contenido de gel es idéntico a la fracción insoluble en xileno en caliente (XHI), la cual se determina extrayendo 1 g que muestra de polímero cortada finamente, con 350 ml de xileno en un extractor Soxhlet durante 48 horas a la temperatura de ebullición. La cantidad de sólido restante se seca a 90°C y se pesa para determinar la cantidad de insolubles.

**Temperatura de fusión ( $T_m$ ) y calor de fusión ( $H_f$ ), temperatura de cristalización ( $T_c$ ) y calor de cristalización ( $H_c$ ):** medidos con calorimetría diferencial de barrido (DSC) Mettler TA820 sobre muestras de entre 5 y 10 mg. La DSC se lleva a cabo de acuerdo con la ISO 3146 / parte 3 / método C2 en un ciclo de calor / enfriamiento / calor con una velocidad de barrido de 10 °C/min en el intervalo de temperaturas de +23 a +210 °C. La temperatura de cristalización y el **calor de cristalización ( $H_c$ )** se determinan a partir de la etapa de enfriamiento, mientras que la temperatura de fusión y el **calor de fusión ( $H_f$ )** se determinan a partir de la segunda etapa de calentamiento.

La **temperatura de deformación térmica (HDT-A/B)** se midió de acuerdo con la ISO 75-2

La resistencia al calor Vicat B se midió de acuerdo con la ISO 306 (50 N)

#### **Resistencia a la ruptura dieléctrica (EB63%)**

**[0136]** La resistencia a la ruptura dieléctrica se midió de acuerdo con la IEC 60243 parte I (1998).

**[0137]** Los datos sin procesar obtenidos se evaluaron de acuerdo con la IEC 60727, parte 1 y 2.

**[0138]** El método (IEC 60243 parte I) describe una manera de medir la resistencia a la ruptura dieléctrica para materiales de aislamiento sobre placas moldeadas por compresión. La resistencia a la ruptura dieléctrica se determina a 50 Hz dentro de una cámara de alto voltaje usando barras metálicas como electrodos según se describe en la IEC60243-1 (4.1.2). El voltaje se eleva sobre la película/placa a 2 kV/s hasta que se produce una ruptura.

Definición:

$$E_b: \quad E_b = U_b/d$$

La intensidad del campo eléctrico ( $U_b$ , [kV]) en la muestra de prueba, en la cual se produce la ruptura. En placas y películas homogéneas, la resistencia a la ruptura dieléctrica ( $E_b$ , [kV/mm]) se puede calcular dividiendo  $U_b$  por el grosor de la placa/película ( $d$ , [mm]). La unidad de  $E_b$  es kV/mm. Para cada película de BOPP, se realizan 10 mediciones individuales de la ruptura. Para caracterizar un material por medio de su resistencia a la ruptura, a partir de los 10 resultados obtenidos individualmente se debe obtener un parámetro que describa una resistencia media a la ruptura. Con frecuencia, a este parámetro se le hace referencia como parámetro  $E_b63\%$ . Para obtener este parámetro, se llevó a cabo una evaluación estadística según se describe en la IEC 60727, parte 1 y 2, la cual se expone brevemente de manera general aquí: Los 10 resultados individuales de la ruptura ( $E_b$ , kV/mm) por película de BOPP se evalúan usando una representación de Weibull, en donde se usa el percentil 63 (parámetro de escala de la distribución de Weibull) para caracterizar la resistencia a la ruptura del material ( $E_b63\%$ ). El parámetro  $\beta$  es la pendiente de la curva de regresión lineal a través de estos 10 puntos. El parámetro  $\beta$  es el parámetro de forma de la distribución de Weibull.

**Porosidad:** BET con gas N<sub>2</sub>, ASTM 4641, aparato Micromeritics Tristar 3000; preparación de la muestra: a una temperatura de 50°C, 6 horas al vacío.

**Área superficial:** BET con gas N<sub>2</sub> ASTM D 3663, aparato Micromeritics Tristar 3000: preparación de la muestra a una temperatura de 50°C, 6 horas al vacío.

#### 5 **Técnica de Segregación Isotérmica por Pasos (SIST)**

**[0139]** La cristalización isotérmica para el análisis de SIST se llevó a cabo en un Mettler TA820 DSC sobre muestras de 3±0,5 mg a temperaturas decrecientes entre 200 °C y 105 °C.

10 (i) Las muestras se fundieron a 225 °C durante 5 minutos,

(ii) a continuación se enfriaron con 80 °C/minuto a 145 °C,

15 (iii) se mantuvieron durante 2 horas a 145 °C,

(iv) a continuación se enfriaron con 80 °C/minuto a 135 °C

(v) se mantuvieron durante 2 horas a 135 °C,

20 (vi) a continuación se enfriaron con 80 °C/minuto a 125 °C

(vii) se mantuvieron durante 2 horas a 125 °C,

25 (viii) a continuación se enfriaron con 80 °C/min a 115 °C

(ix) se mantuvieron durante 2 horas a 115 °C,

(x) a continuación se enfriaron con 80 °C/minuto a 105 °C

30 (xi) se mantuvieron durante 2 horas a 105 °C.

**[0140]** Después de la última etapa, la muestra se enfrió con 80 °C/minuto a -10 °C, y se obtuvo la curva de fusión calentando la muestra enfriada a una velocidad de calentamiento de 10 °C/minuto hasta 200 °C. Todas las mediciones se llevaron a cabo en una atmósfera de nitrógeno. La entalpía de fusión se registra en función de la temperatura y se evalúa a través de la medición de la entalpía de fusión de fracciones que se funden dentro de intervalos de temperatura de

35 50 a 60 °C; 60 a 70 °C; 70 a 80 °C; 80 a 90 °C; 90 a 100 °C; 100 a 110 °C; 110 a 120 °C; 120 a 130 °C; 130 a 140 °C; 140 a 150 °C; 150 a 160 °C; 160 a 170 °C; 170 a 180 °C; 180 a 190 °C; 190 a 200 °C.

40

**Contenido de cenizas:** El contenido de cenizas se mide de acuerdo con la ISO 3451-1 (1997)

#### **Difracción de rayos X de gran ángulo (WAXS)**

45 **[0141]** La determinación de la cristalinidad y de la composición polimórfica se llevó a cabo en geometría de reflexión usando un Bruker D8 Discover con un difractor de rayos X GADDS que funcionaba con la siguiente configuración: generador de rayos X: 30 kV y 20 mA;  $\theta_1 = 6^\circ$  y  $\theta_2 = 13^\circ$ ; distancia muestra-detector: 20 cm; tamaño del haz (colimador): 500  $\mu\text{m}$ ; y duración/barrido: 300 segundos. Se han llevado a cabo 3 mediciones sobre cada muestra. Se obtuvieron curvas de intensidad con respecto a  $2\theta$  entre  $2\theta = 10^\circ$  y  $2\theta = 32,5^\circ$  integrando los espectros bidimensionales. A

50 continuación, se llevó a cabo la cuantificación de las curvas de intensidad con respecto a  $2\theta$  de la manera siguientes:

Se adquirió la curva de intensidad con respecto a  $2\theta$  con la misma configuración de medición sobre una muestra de IPP amorfo, que se preparó mediante extracción con disolventes. Se obtuvo un halo amorfo suavizando la curva de intensidad con respecto a  $2\theta$ . El halo amorfo se ha restado de cada curva de intensidad con respecto a  $2\theta$  obtenidas sobre muestras reales, y esto da como resultado la curva cristalina.

55

**[0142]** el índice de cristalinidad  $X_c$  se define con el área bajo la curva cristalina y la curva original usando el método propuesto por Challa et al. (*Makromol. Chem.* vol.56 (1962), páginas 169 a 178) como:

60

$$X_c = \frac{\text{Área bajo la curva cristalina}}{\text{Área bajo el espectro original}} \times 100$$

[0143] En un sistema cristalino de dos fases (que contiene modificaciones  $\alpha$  y  $\beta$ ), se calculó la cantidad de modificación  $\beta$  en la fase cristalina B usando el método propuesto por Turner-Jones et al. (*Makromol. Chem.* Vol.75 (1964), páginas 134 a 158) como:

$$B = \frac{I^{\beta}(300)}{I^{\alpha}(110) + I^{\alpha}(040) + I^{\alpha}(130) + I^{\beta}(300)}$$

5

donde,  $I^{\beta}(300)$  es la intensidad del pico  $\beta(300)$ ,  $I^{\alpha}(110)$  es la intensidad del pico  $\alpha(110)$ ,  $I^{\alpha}(040)$  es la intensidad del pico  $\alpha(040)$  e  $I^{\alpha}(130)$  es la intensidad del pico  $\alpha(130)$  obtenida después de restar el halo amorfo. El % en peso de la forma  $\beta$  se calculó multiplicando B por 100.

10

[0144] En un sistema cristalino de dos fases (que contiene modificaciones  $\alpha$  y  $\gamma$ ), se calculó la cantidad de modificación  $\gamma$  dentro de la fase cristalina G usando el método desarrollado por Pae (*J. Polym. Sci.*, Parte A2, vol. 6 (1968), páginas 657 a 663) como:

$$G = \frac{I^{\gamma}(117)}{I^{\alpha}(130) + I^{\gamma}(117)}$$

15

donde,  $I^{\alpha}(130)$  es la intensidad del pico  $\alpha(130)$  e  $I^{\gamma}(117)$  es la intensidad del pico  $\gamma(117)$  obtenida después de restar una línea de base que une la base de estos picos. El % en peso de la forma  $\gamma$  se calculó multiplicando G por 100.

## B. Ejemplos

20

[0145] El catalizador usado para PP2 se preparó de acuerdo con el ejemplo 5 del documento WO 03/051934, en donde el catalizador usado en el mismo se sustituyó por dicloruro de rac-metil(ciclohexil)silanodiil bis(2-metil-4-(4-tert-butilfenil)indenil)circonio. El polímero de base PP2 de los ejemplos CE4, CE 5, CE 6, I1 e I2 se produjo utilizando el catalizador antes mencionado, en un proceso de polimerización continuo de dos etapas que constaba de un proceso de polimerización en masa (reactor de bucle) y una etapa de polimerización de fase gaseosa. Antes de entrar en la etapa de polimerización en masa, el catalizador se pre-polimeriza hasta un cierto grado de polimerización en un reactor de pre-polimerización de tipo bucle. Los niveles de hidrógeno en el reactor de pre-polimerización, en el reactor de bucle y en los reactores de fase gaseosa eran diferentes respectivamente y se ajustaron de manera que el peso molecular (MFR) del polímero de la primera etapa de polimerización fuera diferente con respecto al peso molecular (MFR) del polímero de la segunda etapa de polimerización. La fracción en peso del producto del bucle (distribución) se puede variar entre el 30 y el 70 % en peso. Los compuestos nucleados según se proporciona en la tabla 1 se han constituido en una extrusora de doble husillo co-rotativo ZSK 18 (Coperion W&P), utilizando como polímero de base o bien PP1 ó bien PP2. Las películas de BOPP usadas para las mediciones de la resistencia a la ruptura se han obtenido sometiendo los materiales de la tabla 1 en primer lugar a un proceso de películas coladas. Las láminas coladas tenían un grosor aproximadamente de 500  $\mu\text{m}$ , y se generaron extruyendo la masa fundida (230  $^{\circ}\text{C}$ ) a través de una matriz de rendija sobre un rodillo de enfriamiento que tenía una temperatura de 90  $^{\circ}\text{C}$ . Para la posterior orientación biaxial, del área central de cada película colada se recortaron especímenes cuadrados (muestras de 8,5 cm por 8,5 cm). Estos especímenes se estiraron biaxialmente en una máquina de BOPP ("Karo IV laboratory stretcher" Brückner Maschinenbau GmbH, Alemania). El proceso de estiramiento se realizó con una velocidad de deformación de 870%/s y una temperatura de 152  $^{\circ}\text{C}$  (para CE1, CE2, CE3, CE4) y  $\sim 142^{\circ}\text{C}$  (para CE5, CE6, I1, I2). El dispositivo de estiramiento funcionaba de una manera similar y se obtuvieron películas de BOPP con una relación de extensión de 5 X 5 y un grosor final de 20  $\mu\text{m}$ . Este proceso, recién descrito, que comienza con la extrusión de películas coladas se llevó a cabo dos veces para cada material, con lo que cada película de BOPP se obtuvo por duplicado para el posterior análisis (pruebas de ruptura). La BDV comunicada en la tabla 3 se obtuvo de la manera siguiente:

45

Por cada película de BOPP se registran 10 voltajes de ruptura ( $E_b$ , kV) sobre especímenes pequeños (5 X 5 cm) cortados del área central de la película de BOPP. El voltaje de ruptura registrado se normalizó al espesor de las muestras que se midió adicionalmente en una posición cercana al punto de ruptura. Las resistencias a la ruptura así calculadas (kV/mm) se evaluaron adicionalmente usando una representación de probabilidad de Weibull según se describe en la IEC 60727, parte 1 y 2. Los 10 resultados individuales se clasifican y se realiza una estimación de la probabilidad de rotura acumulativa usando la ecuación 1

50

$$F(x_i) = \frac{i - 0,3}{n + 0,4}$$

55

$F(x_i)$  Probabilidad acumulada de ruptura

i medición<sup>enésima</sup> (1 a 10)

n número de mediciones (10)

[0146] Al seguir este procedimiento hubo disponibles por cada película de BOPP 10 pares de resistencia a la ruptura (kV/mm) y una probabilidad de rotura correspondiente. En caso de que las 10 resistencias del dieléctrico obtenidos por cada película de BOPP sigan una distribución de Weibull, se obtiene como resultado una línea recta cuando se representan los pares de datos en una gráfica de Weibull. La resistencia media a la ruptura de la película de BOPP sobre la cual se obtuvieron los 10 resultados se estima como el percentil 63,2° de esta gráfica. La pendiente del ajuste lineal en los puntos de datos en una gráfica de Weibull de este tipo viene dada como el parámetro  $\beta$  y se refiere a la dispersión en los datos (10 mediciones). Debido a la duplicación de la generación de películas de BOPP, por cada material resultaron disponibles 10+10 puntos de datos de ruptura. Así, la evaluación antes descrita (gráfica de Weibull para estimar el percentil 63,2° se realizó usando la totalidad de los 20 datos de ruptura, tratados como si se obtuvieron sobre una película de BOPP. La BDV comunicada en la tabla 3 es el parámetro Eb63% obtenido en un procedimiento según se ha expresado en líneas generales anteriormente, usando  $n = 20$ .

Tabla 0: Propiedades de los polímeros de base

	M <sub>w</sub>	M <sub>n</sub>	MWD	XCS	IV	T <sub>m</sub>	mmm m	[2,1e]
	[kg/mol]	[kg/mol]	-	[% peso]	[ml/g]	[°C]	[%]	[%]
PP1	406	50	7	3,5	263	161	92,3	0,0
PP2	318	119	2,7	0,68	230	152	98,7	0,7

Tabla 1: Composiciones

		CE 1	CE 2	CE 3	CE 4	CE 5	CE 6	I1	I2
MFR	[g/10min]	2,8	2,9	2,6	2,8	2,2	2,3	2,4	2,3
PP1	[% peso]	97,5	96,5	97,5	97,5	0	0	0	0
PP2	[% peso]	0	0	0	0	99,55	98,55	99,35	99,535
A	[% peso]	2,4	2,4	2,2	2,385	0	0	0	0
AO	[% peso]	0,1	0,1	0,1	0,1	0,45	0,45	0,45	0,45
NA1	[% peso]	0	1	0	0	0	1	0	0
NA2	[% peso]	0	0	0,2	0	0	0	0,2	0
NA3	[% peso]	0	0	0	0,015	0	0	0	0,015

PP1 es el homopolímero propileno comercial HB311BF de Borealis AG.  
 PP2 es el homopolímero propileno que se ha producido según la forma indicada anteriormente  
 A es HC001A-B1, un polvo de reactor equivalente al HB311BF, aunque antes de cualquier aditivación  
 AO es el antioxidante pentaeritritil-tetraquis (3-(3',5'-di-tert. butil-4-hidroxifenil)-propionato  
 NA1 es el homopolímero de propileno comercial HC904BF de Borealis AG. Se produce usando la tecnología de nucleación Borstar privativa de Borealis  
 NA2 es el agente  $\alpha$ -nucleante comercial NX 8000 de Milliken  
 NA3 es el agente  $\alpha$ -nucleante comercial Irgaclear XT 386 de Ciba

Tabla 2: Propiedades de las composiciones

		CE 1	CE 2	CE 3	CE 4	CE 5	CE 6	I1	I2
T <sub>m</sub>	[°C]	160,5	163,2	163,1	163,1	152	153,1	153,9	153,4
T <sub>c</sub>	[°C]	113,9	123,9	123,3	122,6	114,3	118,5	121,8	120,7
HDT A	[°C]	50,8	54,6	54,4	52,7	54,3	55,1	54,2	56,4
HDT B	[°C]	76,8	85,8	83,7	81,6	88,9	90,8	89,9	94,8
Vicat B	[°C]	89,4	93,6	93,3	92,9	95,3	97,2	96,4	97,6
Cenizas	[ppm]	49	33	26	40	50	49	51	47
K <sub>v</sub>	[%]	0,05	0,05	0,07	0,03	0,48	0,53	0,55	0,40

Tabla 3: Propiedades de las películas de BOPP

BDV	[kV/mm]	311	296	296	313	317	302	322	330
$\beta$	[-]	9	11	13	9	15	16	16	15

**Tabla 4: SIST Propiedades de las composiciones**

T	CE 1	CE 2	CE 3	CE 4	CE 5	CE 6	I1	I2
[°C]	[% peso]							
50 - 60	0,0	0,0	0,3	0,2	0,4	0,4	0,3	0,4
60 - 70	0,0	0,0	0,6	0,4	0,8	0,7	0,6	0,7
70 - 80	0,0	0,0	0,5	0,5	0,8	0,7	0,6	0,7
80 - 90	0,0	0,0	0,5	0,3	0,9	0,8	0,5	0,9
90 - 100	0,0	0,0	0,5	0,3	1,0	0,9	0,4	1,1
100 - 110	0,0	0,0	0,6	0,2	1,2	0,9	0,5	1,1
110 - 120	0,4	0,6	1,2	0,6	2,0	1,9	1,6	2,1
120 - 130	2,5	2,5	2,3	2,0	4,8	5,3	5,1	4,7
130 - 140	4,9	3,9	4,4	3,0	11,3	11,0	10,7	9,7
140 - 150	14,0	11,4	13,4	5,8	32,0	34,6	38,0	24,9
150 - 160	32,1	28,9	32,9	17,7	32,5	36,7	32,2	26,7
160 - 170	45,5	43,0	41,8	45,1	12,4	6,2	9,5	27,0
>170	0,6	9,8	1,0	23,9	0,0	0,0	0,0	0,0

## REIVINDICACIONES

1. Composición de polipropileno (PP-C) que comprende
- 5 (i) por lo menos un 70 % en peso de un polipropileno (PP) y  
(ii) entre un 0,005 y un 1,5 % en peso de un agente  $\alpha$ -nucleante (N)  
basándose en la composición de polipropileno (PP-C), en donde la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tiene/tienen
- 10 (a) un contenido de comonómeros igual al o por debajo del 1,0 % en peso, los comonómeros son etileno y/o por lo menos una  $\alpha$ -olefina  $C_4$  a  $C_{20}$ , y  
(b) regiodefectos <2,1> eritro de más del 0,1 % molar determinados por espectroscopia  $^{13}C$ , y en donde además  
(c) la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tiene/tienen una isotacticidad de pentadas <mmmm> de por lo menos un 98 % molar, y/o  
15 (d) la composición de polipropileno (PP-C) comprende por lo menos un 9,0 % en peso de una fracción cristalina que cristaliza en el intervalo de temperaturas de por encima de 160 a 170 °C, en donde dicha fracción se determina mediante la técnica de segregación isotérmica por pasos (SIST).
- 20 2. Composición de propileno (PP-C) según la reivindicación 1, en la que el polipropileno (PP) es el único polímero dentro de la composición de polipropileno (PP-C).
3. Composición de propileno (PP-C) según la reivindicación 1 ó 2, en la que
- 25 (a) la composición de polipropileno (PP-C) comprende fracciones cristalinas que cristalizan en el intervalo de temperaturas de
- (i) entre por encima de 140 y 150 °C  
(ii) entre por encima de 150 y 160 °C  
30 (iii) entre por encima de 160 y 170 °C  
en donde la cantidad de las tres fracciones cristalinas [% en peso] difiere una con respecto a otra en no más de un 5,0 % en peso, y/o
- (b) la cantidad de la fracción cristalina de la composición de polipropileno (PP-C) que cristaliza en el intervalo de temperaturas de entre por encima de 160 y 170 °C, no es mayor que el 35 % en peso, y/o  
35 (c) la composición de polipropileno (PP-C) tiene una fracción cristalina que cristaliza por encima de 170 °C no mayor que el 5,0 % en peso,  
en donde dichas fracciones se determinan mediante la técnica de segregación isotérmica por pasos (SIST).
- 40 4. Composición de polipropileno (PP-C) según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tiene/tienen
- (a) una temperatura de fusión ( $T_m$ ), medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC), de por lo menos 150,0 °C, preferentemente de por lo menos 151,0 °C,  
45 y/o
- (b) una temperatura de cristalización ( $T_c$ ), medida por calorimetría diferencial de barrido (DSC), de por lo menos 110°C, preferentemente por lo menos 113 °C.
- 50 5. Composición de polipropileno (PP-C) según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la composición de polipropileno (PP-C) tiene
- (a) una resistencia al calor Vicat B, medida según la ISO 306 (50 N), de por lo menos 95 °C,  
55 y/o
- (b) una temperatura de deformación térmica (HDT-B), medida según la ISO 75-2, de por lo menos 89 °C.
- 60 6. Composición de polipropileno (PP-C), según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la composición de polipropileno (PP-C) tiene

(a) una fase  $\gamma$  de entre más del 10 y el 60 %, preferentemente de entre más del 10 y el 50 %, en donde dicha fase  $\gamma$  se ha medido después de la segregación isotérmica por pasos (SIST) por dispersión de rayos X de gran ángulo (WAXS),

5 y/o

(b) un contenido de cenizas, medido según la ISO 3451-1 (1997), por debajo de 60 ppm.

10 7. Composición de polipropileno (PP-C), según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tiene/tienen

(a) una distribución del peso molecular (MWD), medida según la ISO 16014, de por lo menos 3,0,

15 y/o

(b) un índice de fluidez MFR<sub>2</sub> (230 °C), medido según la ISO 1133, de más de 1,5 g/10minutos

y/o

20 (c) una fracción soluble en xileno frío (XCS), determinada a 23 °C según la ISO 6427, igual a o por debajo de 1,5 % en peso.

25 8. Composición de polipropileno (PP-C), según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la composición de polipropileno (PP-C) y/o el polipropileno (PP) tiene/tienen un índice de ramificación g' de por lo menos 0,9.

30 9. Composición de polipropileno (PP-C), según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el agente  $\alpha$ -nucleante (N) se selecciona del grupo compuesto por derivados de sorbitol, derivados de nonitol, benceno-trisamidas, y mezclas de los mismos.

35 10. Composición de polipropileno (PP-C), según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el agente  $\alpha$ -nucleante (N)

(a) es soluble en el polipropileno (PP)

35 y/o

(b) presenta una simetría molecular clasificada como C<sub>3h</sub>.

40 11. Composición de polipropileno (PP-C) según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicha composición de polipropileno (PP-C) es una película orientada biaxialmente.

45 12. Película de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP) que comprende por lo menos un 90 % en peso de una composición de polipropileno (PP-C) según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 10.

13. Película de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP) según la reivindicación 12, en la que dicha película tiene

50 (a) una relación de extensión en la dirección de la máquina de por lo menos 4,0 y una relación de extensión en la dirección transversal de por lo menos 4,0,

y/o

55 (b) una resistencia a la ruptura dieléctrica EB63% obtenida a partir de datos medidos según la IEC 60243 parte 1 (1998) y evaluados según la IEC 60727, parte 1 y 2, de por lo menos 310 kV/mm, obtenida sobre una película de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP) con una relación de extensión en la dirección de la máquina y en la dirección transversal de 5,0.

60 14. Película de condensador que comprende una composición de polipropileno (PP-C) según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 ó una película de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP) según la reivindicación 12 ó 13.

15. Proceso para la preparación de una composición de polipropileno (PP-C) que comprende la etapa de preparación de un polipropileno (PP)

(a) polimerizando propileno y opcionalmente etileno y/o por lo menos una  $\alpha$ -olefina  $C_4$  a  $C_{20}$  en presencia de un sistema catalizador sólido, comprendiendo dicho sistema catalizador sólido

(i) un compuesto de metal de transición de fórmula (I)

5



en donde

10

"M" es circonio (Zr) o hafnio (Hf), preferentemente circonio (Zr),  
 cada "X" es independientemente un ligando  $\sigma$  aniónico monovalente,  
 cada "Cp'" es un ligando orgánico de tipo ciclopentadienilo seleccionado independientemente del grupo compuesto por ciclopentadienilo sustituido, indenilo sustituido, tetrahydroindenilo sustituido, y fluorenilo sustituido o no sustituido, coordinándose dichos ligandos orgánicos al metal de transición (M),

15

"R" es un grupo puente bivalente que enlaza dichos ligandos orgánicos (Cp'), y

"n" es 1 ó 2, preferentemente 1, y

(ii) opcionalmente un cocatalizador que comprende un elemento del grupo 13 de la tabla periódica (IUPAC), preferentemente un cocatalizador que comprende un compuesto de Al,

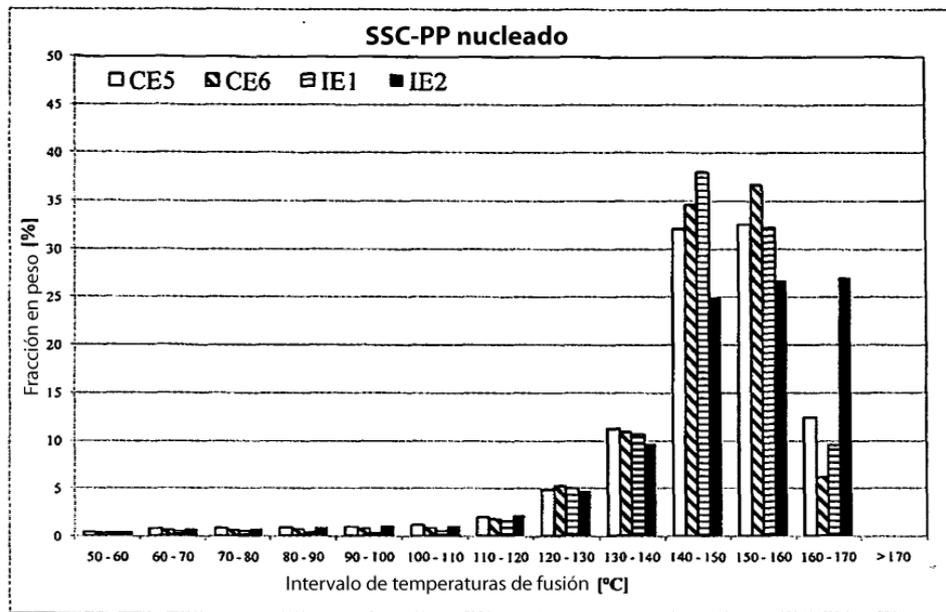
20

(b) mezclando en fusión dicho polipropileno (PP) obtenido en la etapa (a) con un agente  $\alpha$ -nucleante (N) obteniendo la composición de polipropileno (PP-C), y

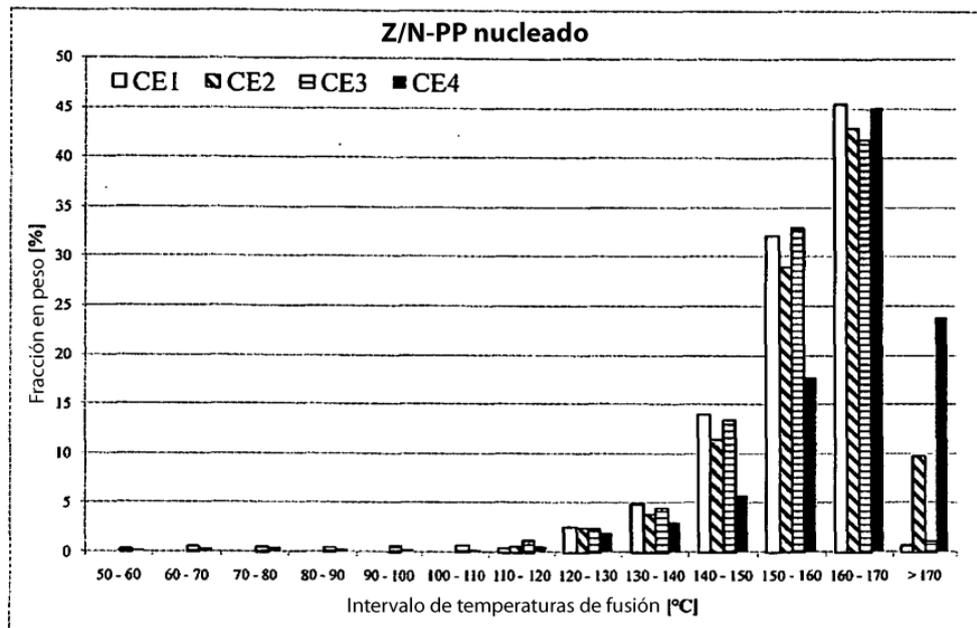
(c) opcionalmente estirando dicha composición de polipropileno (PP-C) hasta una película orientada biaxialmente.

25

16. Proceso según la reivindicación 15, en el que el polipropileno (PP) y el agente  $\alpha$ -nucleante (N) se definen de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 11.



**Figura 1:** Comparación de los datos de SIST medidos sobre los pellets de CE5, CE6, IE1 e IE2



**Figura 2:** Comparación de los datos de SIST medidos sobre los pellets de CE1 a CE4