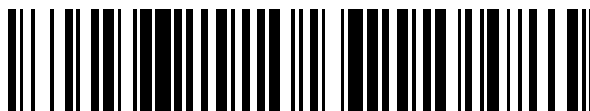


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 452 716**

51 Int. Cl.:

C08J 5/18 (2006.01)

C08L 23/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.02.2006** **E 06713961 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.03.2014** **EP 1985649**

54 Título: **Película de polipropileno orientada biaxialmente**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.04.2014

73 Titular/es:

TORAY INDUSTRIES, INC. (100.0%)
1-1, NIHONBASHI-MUROMACHI 2-CHOME CHUO-KU
TOKYO 103-8666, JP

72 Inventor/es:

ITOU, TATSUYA;
MORIGUCHI, ISAMU;
IWASHITA, MASAHIRO;
UEMATSU, KIMITAKE;
NITTA, KOH-HEI y
KAWAMURA, TAKANOBU

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Carlos

ES 2 452 716 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 polipropileno orientada biaxialmente

5 La presente invención se refiere a una película de polipropileno orientada biaxialmente, adecuada para envasado, aplicaciones industriales, etc. Con mayor detalle, esta invención se refiere a una película de polipropileno orientada biaxialmente, cuya capacidad de proceso es adecuada para su procesamiento en forma de dieléctricos de condensadores y con un sobresaliente voltaje de ruptura a elevada temperatura.

10 [Técnica anterior]

Las películas de polipropileno orientadas biaxialmente son utilizadas en diversas aplicaciones tales como aplicaciones para envasado, aplicaciones para cintas adhesivas y aplicaciones eléctricas para envolver cables, para condensadores, etc., dado que tienen una transparencia sobresaliente, unas excelentes características mecánicas, 15 excelentes propiedades eléctricas, etc.

Entre estas aplicaciones, en su aplicación a condensadores, las películas de polipropileno orientadas biaxialmente son especialmente utilizadas preferentemente en condensadores de alta tensión, independientemente de si son para su aplicación en corriente continua o en corriente alterna, ya que sus características de voltaje de ruptura son sobresalientes y tienen unas características de bajas pérdidas dieléctricas tangenciales. 20

Una película de polipropileno orientada biaxialmente de este tipo debe ser moderadamente rugosa en su superficie para tener una mayor capacidad de deslizamiento y una mayor capacidad de impregnación de aceite o, en el caso de condensadores metalizados, para proporcionar una mayor facilidad de conservación. En este caso, facilidad de 25 conservación se refiere a una función tal, en la que el metal depositado de los condensadores metalizados que tienen una capa de metal depositado formada sobre la película dieléctrica que funciona como electrodo, puede ser dispersada por medio de la energía de descarga en el momento de una descarga anormal, para recuperar las propiedades de aislamiento que impiden los cortocircuitos, manteniendo de este modo su función como condensador, o para impedir su ruptura. Asimismo, es una función muy útil en lo que respecta a la seguridad. 30

Los métodos propuestos para proporcionar rugosidad a la superficie incluyen métodos mecánicos tales como el método de estampación en relieve, y el método de chorreado con arena, métodos químicos tales como ataque químico mediante un disolvente, un método de estirado de una lámina formada mezclando un polímero diferente tal como polietileno, un método de estirado de una lámina en la que se han producido cristales β (ver, por ejemplo, los 35 documentos de patente 1 y 2), etc.

Sin embargo, los métodos mecánicos y los métodos químicos dan como resultado bajas densidades de rugosidad, y el método de estirado de una lámina en la que se han producido cristales β es probable que produzca salientes bastos y no es suficientemente satisfactorio en lo que se refiere a la densidad de salientes, según el caso. Además, 40 la película con rugosidad en la superficie por medio de cualquiera de estos métodos es insuficiente en cuanto a la impregnación en aceite en el espacio entre las capas de película cuando se forma un condensador, y es propenso a formar zonas parcialmente sin impregnar, reduciendo la duración del condensador, según el caso. El método de estirado de una lámina obtenida mediante la mezcla de un polímero diferente tal como el polietileno, produce pocas burbujas que permanecen cuando se forma el condensador, pero cuando se recicla la película, el polímero diferente 45 puede ejercer un efecto perjudicial planteando el problema de una deficiente capacidad de reciclado.

Además, la película de polipropileno orientada biaxialmente fabricada mediante cualquiera de estos métodos no tiene suficiente facilidad de conservación bajo severas condiciones de utilización del condensador, tales como una temperatura elevada, de 80°C o más, y un gradiente de potencial de 200 V/ μ m o mayor, y plantea un problema de 50 fiabilidad, llegado el caso. En lo que antecede, el gradiente de potencial es un cociente obtenido dividiendo la tensión aplicada a una película dieléctrica por el grosor de la película, y se refiere a la tensión aplicada por unidad de grosor de la película.

Además, para la uniformidad de la densidad de la rugosidad y de los salientes, se ha propuesto una película de polipropileno de elevada tensión de la masa fundida (ver, por ejemplo, el documento de patente 4) y una película estratificada consistente en una película de polipropileno de elevada tensión de la masa fundida y una película de polipropileno ordinario (ver, por ejemplo, el documento de patente 3), etc. No obstante, en el caso en que se utilice "per se" una resina de polipropileno de elevada tensión de la masa fundida para su aplicación a condensadores, no se puede obtener una resistencia al calor suficiente en vista de la estructura de la resina, planteándose el problema 60 de que el voltaje de ruptura del dieléctrico disminuye considerablemente. Además, en la técnica de estratificado de una resina de polipropileno de elevada tensión de la masa fundida, es difícil obtener una película delgada con un grosor de 5 μ m o menos consistente en capas de grosor uniforme y, en la actualidad, no se puede obtener una película dieléctrica prácticamente satisfactoria dado que la uniformidad resulta perjudicada.

65 [Documento de patente 1] JP51-63500A
[Documento de patente 2] JP2001-324607A

[Documento de patente 3] JP2001-129944A

[Documento de patente 4] JP2001-72778A

[Características de la invención]

[Problemas a resolver por la invención]

En vista de los antecedentes mencionados anteriormente de la técnica anterior, esta invención pretende proporcionar una película de polipropileno orientada biaxialmente que puede presentar un sobresaliente voltaje de ruptura y fiabilidad incluso a una temperatura ambiente elevada de 80° C o más.

Esta película de polipropileno orientada biaxialmente puede ser suministrada como película de polipropileno orientada biaxialmente que tiene una superficie sobresaliente en lo que respecta a la uniformidad de salientes y una elevada densidad de rugosidad adecuada para envasado, condensadores, etc.

[Medios para resolver los problemas]

Esta invención utiliza los medios siguientes para resolver los problemas mencionados anteriormente. A saber, la película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención es una película de polipropileno orientada biaxialmente formada por una resina de polipropileno compuesta principalmente de propileno, una de cuyas superficies tiene, por lo menos, una configuración superficial básica consistente en asperezas de tipo crep y tiene una rugosidad media (Rz) de 10 puntos de 0,5 a 1,5 µm, medida en la dirección transversal de una película de ensayo con aluminio depositado al vacío y un satinado superficial de 90 a 135%,

en la que dicha resina de polipropileno se obtiene mezclando un polipropileno (H) de cadena ramificada con un polipropileno lineal,

en la que el polipropileno (H) de cadena ramificada satisface la relación

$$\log (MS) > - 0,56 \log (MFR) + 0,74$$

la tensión en fusión (MS, 230°C) representa la tensión en cN cuando se mide a una velocidad de extrusión de 15 mm/min y a una velocidad de recogida de 6,5 m/min, y

siendo medida la velocidad de fluencia de la masa fundida (MFR, 230°C) bajo una carga de 21,18 N según la norma JIS K 6758,

con lo que dicha resina de polipropileno contiene de 0,05 a 0,9 % en peso de dicho polipropileno (H) de cadena ramificada.

Además, es preferente que la película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención tenga las siguientes características (1) a (3).

(1) Dicha superficie de la película contiene asperezas de tipo cráter y los ejes principales de dichos cráteres son de 150 µm o menores.

(2) La proporción (Rz/Ra) de la rugosidad media (Rz) de 10 puntos con respecto a la rugosidad media (Ra) en la línea central, por lo menos, de una superficie de la película, es de 8 o más, habiendo sido medida la rugosidad media (Rz) de 10 puntos y la rugosidad media (Ra) en la línea central en la dirección transversal de una película de ensayo con aluminio depositado al vacío.

(3) Dicha resina de polipropileno contiene de 0,1 a 0,9 % en peso de dicho polipropileno (H) de cadena ramificada.

[Efectos de la invención]

Esta invención puede proporcionar una película de polipropileno orientada biaxialmente que es sobresaliente en cuanto a facilidad de procesamiento, incluso si es delgada, dado que tiene sobresalientes propiedades superficiales y puede presentar un voltaje de ruptura elevado incluso dentro de un amplio intervalo de temperaturas atmosféricas, desde una temperatura baja de -40°C hasta una temperatura superior a 90°C, y la película es adecuada para envasado, condensadores, etc.

[Breve descripción de los dibujos]

[Figura 1] es una fotografía mediante un microscopio de interferencia diferencial, que muestra como ejemplo la superficie de la película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención.

[Figura 2] es un gráfico tridimensional de la rugosidad que muestra como ejemplo la superficie de la película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención.

5 [Figura 3] es una fotografía mediante un microscopio de interferencia diferencial, que muestra la superficie de una película de polipropileno orientada biaxialmente formada mediante transformación cristalina.

[Figura 4] es un gráfico tridimensional de la rugosidad, que muestra la superficie de una película de polipropileno orientada biaxialmente formada mediante transformación cristalina.

10 [Figura 5] es una fotografía mediante un microscopio de interferencia diferencial, que muestra la superficie de una película de polipropileno orientada biaxialmente formada para tener solamente asperezas de tipo crep.

15 [Figura 6] es un gráfico tridimensional de la rugosidad, que muestra la superficie de una película de polipropileno orientada biaxialmente formada para tener solamente asperezas de tipo crep.

[Figura 7] es una fotografía mediante un microscopio de interferencia diferencial, que muestra la superficie de la película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención, como ejemplo.

20 [Figura 8] es un gráfico tridimensional de la rugosidad, que muestra la superficie de una película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención, como ejemplo.

[Mejores modos para llevar a cabo la invención]

25 Los inventores actuales han realizado un estudio en profundidad para resolver los problemas mencionados anteriormente, a saber, para dar a conocer una película de polipropileno orientada biaxialmente que puede presentar un sobresaliente voltaje de ruptura y una fiabilidad, incluso en condiciones de temperatura ambiente elevada de 80°C o más y, como resultado, hallaron que cuando un polipropileno específico (H) de cadena ramificada fue
30 mezclado con un polipropileno lineal, se podía controlar el tamaño del cristal esferoidal producido en la etapa de enfriamiento de la lámina de resina extruida por fusión para que fuera pequeño, mientras que la generación de defectos de aislamiento producidos en la etapa de estirado podía mantenerse reducida. Además, el polipropileno (H) de cadena ramificada que tiene una función como la de un agente nucleador de cristales α , permitía asimismo la formación de una superficie rugosa por medio de la transformación cristalina cuando la cantidad añadida era pequeña, y permitía que se formaran cráteres de tamaño pequeño de manera densa, junto con el efecto mencionado
35 anteriormente de reducción de tamaño del cristal esferoidal. De este modo, se podía proporcionar con éxito una película de polipropileno orientada biaxialmente sobresaliente en la uniformidad de los salientes y sobresaliente asimismo en el equilibrio entre la uniformidad y la densidad de la rugosidad, teniendo por tanto una rugosidad superficial característica. A saber, se pudo hacer que tuviera una configuración superficial básica consistente en asperezas características de tipo crep que tenían un satinado superficial de 90 a 135%, teniendo una rugosidad
40 media (Rz) de diez puntos de 0,5 a 1,5 μm , mediante el mezclado de dicho polipropileno específico (H) de cadena ramificada, y se halló que esta composición resolvía de una vez todos los problemas mencionados anteriormente.

A continuación se explica en detalle la forma geométrica de la superficie de esta invención. A saber, la aspereza de la configuración superficial propuesta por esta invención incluye una estructura granular con arrugas obtenida en
45 dichos documentos de patente 3 y 4. La figura 5 es una fotografía de la superficie que muestra una estructura típica granular con arrugas, definida como aspereza de tipo crep en esta invención, y la figura 6 es un gráfico tridimensional de rugosidad de la superficie. La aspereza de dicha forma geométrica tiene una uniformidad sobresaliente, pero debido a la uniformidad, cuando se forma un rollo de película o un elemento de un condensador, se presenta un problema porque las capas adyacentes de película en el rollo es probable que deslicen una sobre
50 otra, y por consiguiente que la forma del rollo no permanezca estable, siendo propenso a distorsionarse con arrugas, etc. o que exista el problema de que la forma como un elemento no permanezca estable, teniendo como resultado unas características eléctricas deficientes.

55 Para resolver estos problemas, los inventores intentaron formar moderadamente unos salientes suficientemente mayores que los salientes superficiales formados mediante dicha aspereza de tipo crep, sobre la configuración superficial básica de dicha aspereza de tipo crep.

Los métodos para la formación de dichos salientes en la superficie de una película incluyen métodos de adición de una resina incompatible con el polipropileno, o de adición de partículas inorgánicas y/u orgánicas, etc. Los salientes
60 previstos podían ser obtenidos asimismo mediante transformación cristalina que no requiere la adición de impurezas eléctricas y que puede deteriorar poco las características eléctricas tales como el voltaje de ruptura del dieléctrico. La configuración superficial obtenida por medio de la transformación cristalina se explica más adelante. El método de formación de la superficie mediante transformación cristalina es el de formar una superficie utilizando los dos sistemas de cristal de polipropileno descritos en el documento no de patente (M. Fujiyama, Journal of Applied
65 Polymer Science (Revista de ciencia aplicada de polímeros) 36, p. 985 -1948 (1988)), etc. El cristal esferoidal de un sistema de cristales α (sistema monoclinico, densidad del cristal de 0,936 g/cm^3) y el cristal esferoidal del sistema de

crystal β (sistema hexagonal, densidad del cristal $0,922 \text{ g/cm}^3$) son producidos en una lámina sin estirar y, en el proceso de estirado, los cristales β , térmicamente inestables, son transformados en cristales α para formar una aspereza en la superficie de la película. Dado que las unidades básicas de aspereza superficial obtenidas mediante este método son producidas por la deformación del cristal esferoidal, las formas de la aspereza son formas de cráteres formados como arcos circulares. En la figura 3 se muestra una forma geométrica típica obtenida por medio de dicha transformación cristalina y en ella pueden confirmarse numerosos cráteres de forma elíptica. Esta superficie se indica en la figura 4 como un gráfico tridimensional de rugosidad superficial y se puede confirmar que las partes que sobresalen de la superficie de la película están conectadas entre sí como arcos circulares que tienen forma de cráter. Además, esta técnica tiene la característica que la zona en donde no existen cristales esferoidales del sistema de cristales β , no forma asperezas sino que permanece plana. Dichos salientes en forma de arcos circulares cambian como respuesta a la relación entre la proporción de estirado longitudinal y la proporción de estirado transversal utilizada para el estirado biaxial. Con una relación de la proporción de estirado longitudinal/estirado transversal de 1, a saber, en un estirado isotrópico, los salientes son casi circulares y, con el incremento de la relación de la proporción de estirado longitudinal/estirado transversal, los círculos se aplanan. La forma geométrica obtenida mediante un método secuencial de estirado biaxial tiene habitualmente los ejes principales en la dirección transversal de la película (la dirección de la anchura del rollo de película). Además, dependiendo de cómo se han producido los cristales esferoidales, puede suceder que una serie de cráteres de formas diferentes estén superpuestos, y puede suceder que arcos circulares no cerrados como anillos estén formados como arcos o medios arcos.

En la presente invención, se ha hallado de forma inesperada que en el caso en que se optimicen la cantidad añadida de polipropileno (H) de cadena ramificada y las condiciones de formación de la película, dichos cráteres se pueden producir como arcos circulares sobre la configuración de la superficie básica compuesta de asperezas de tipo crep.

La figura 1 es una fotografía de la superficie obtenida en el Ejemplo 1 de esta invención, y la figura 2 es un gráfico tridimensional de la rugosidad de la fotografía de la superficie. Aunque se puede observar la aspereza en forma de crep con ondulaciones como la configuración básica de la superficie, se pueden observar numerosos cráteres en forma de arcos circulares. Dado que las formas de cráteres más pequeñas están formadas con más densidad que en la figura 3, en el gráfico tridimensional de rugosidad de la figura 2 no aparecen formas claras de cráteres, pero se puede confirmar que se forman suficientes salientes elevados comparado con la rugosidad de la configuración superficial básica con la ondulación prevista.

Las propiedades de la superficie de la película de esta invención se explican a continuación en detalle.

Es necesario que la rugosidad media (R_z) de diez puntos de dicha superficie de la película sea de $0,5$ a $1,5 \mu\text{m}$, y un intervalo preferente es de $0,7$ a $1,3 \mu\text{m}$. Si R_z es demasiado pequeña, puede suceder que la película no se pueda enrollar bien dado que el aire no puede escapar suficientemente, distorsionando la forma del rollo, o que el elemento condensador no se pueda formar correctamente. Por otra parte, si R_z es demasiado grande puede disminuir el voltaje de ruptura del dieléctrico.

Además, el satinado de dicha superficie de la película está comprendido dentro de un intervalo de 90 a 135% , y un intervalo preferente es de 95 a 130% . A saber, la disminución del satinado significa el aumento de la densidad de la luz dispersada sobre la superficie de la película, especialmente, para aumentar la densidad de las asperezas de la superficie de la película. Si se disminuye el satinado, la impregnación de líquido mejora. Sin embargo, es probable que las capas adyacentes de la película en el interior del rollo deslicen una sobre otra, disminuyendo la capacidad de enrollado del elemento, y resulta difícil enrollar la película en forma de rollo dado que el aire no puede escapar suficientemente cuando se enrolla la película. Por otra parte, si el satinado es mayor de 135% , es improbable que las capas adyacentes de la película en el interior del rollo deslicen una sobre otra, y es difícil formar un elemento plano de condensador o, dado que no se puede mantener una separación suficiente, se produce el problema de una deficiente capacidad de conservación.

Además, tal como se ha descrito anteriormente, es preferente que la superficie de la película de esta invención tenga formadas asperezas en forma de cráter además de las asperezas en forma de crep.

Con respecto al tamaño de dichos cráteres, unos cráteres mayores tienen a producir una aspereza mayor, que afecta a las características de ruptura del dieléctrico. De este modo, es preferente que el tamaño del cráter sea más pequeño, y es preferente que el eje principal sea de $150 \mu\text{m}$ o menos. Un intervalo especialmente preferente es de 5 a $120 \mu\text{m}$. El tamaño de los cráteres se mide, tal como se explicará más adelante en detalle, mediante la formación de una capa de aluminio depositada sobre la superficie de la película y utilizando un microscopio de interferencia diferencial.

Además, es preferente que la película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención tenga una rugosidad superficial media R_a en la línea central de $0,02$ a $0,10 \mu\text{m}$, al menos en una de las superficies de la película. En el caso en que la rugosidad media en la línea central sea demasiado grande, cuando las películas están dispuestas en capas, el aire penetra entre las capas deteriorando el elemento condensador, y además cuando se forma una capa de metal sobre la película, la capa de metal es perforada, por ejemplo, disminuyendo la resistencia a

la ruptura del dieléctrico a temperatura elevada o acortando la duración del elemento, o provocando una concentración de la carga al aplicar una tensión, produciendo defectos de aislamiento. Por el contrario, si la rugosidad media en la línea central es demasiado pequeña, la película es menos deslizante disminuyendo las propiedades de manipulación, o cuando el elemento condensador está impregnado con un aceite aislante, dicho aceite aislante no atraviesa de manera uniforme entre las capas de película, cambiando considerablemente la capacidad cuando se está utilizando de forma continua el elemento condensador. Un intervalo más preferente de la rugosidad superficial media en la línea central, al menos en una de las superficies de la película, es de 0,03 a 0,08 μm , y un intervalo especialmente preferente es de 0.04 a 0.07 μm .

Dado que la película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención tiene grandes salientes además de la aspereza de tipo crep dispuesta como la configuración básica de la superficie, tal como se ha descrito anteriormente, es preferente que la rugosidad media (R_z) de diez puntos sea suficientemente grande comparada con dicha rugosidad superficial media (R_a) en la línea central. A saber, es preferente que la proporción entre ambas (R_z/R_a) sea de 8 o mayor, por lo menos en una de las superficies. Un intervalo más preferente es 10 a 40, y un intervalo especialmente preferente es 15 a 35. En el caso en que la proporción (R_z/R_a) sea demasiado grande, dado que la proporción de salientes bastos aumenta, el aire penetra entre las capas de la película formada mediante la estratificación de las capas deteriorando el elemento condensador y, además, cuando se forma una capa de metal sobre la película, dicha capa de metal es perforada disminuyendo, por ejemplo, la resistencia a la ruptura del dieléctrico a temperatura elevada, o acortando la duración del elemento, o provocando una concentración de la carga cuando se aplica una tensión, causando defectos de aislamiento. Por el contrario, si la proporción (R_z/R_a) es demasiado pequeña, las propiedades de manipulación pueden resultar deficientes.

Además, en el caso en que la película de polipropileno orientada biaxialmente sobresaliente en la uniformidad de salientes, sobresaliente en el equilibrio entre la uniformidad y la densidad de rugosidad y tenga unos valores característicos de rugosidad superficial y un satinado superficial de 90 a 135%, sea utilizada para fabricar un condensador, incluso si se produce una ruptura del dieléctrico, la moderada separación mantenida entre las capas de película permite mantener la duración del condensador sin producir rupturas, como una función sobresaliente de la estabilidad que presenta la facilidad de conservación mencionada anteriormente.

Adicionalmente, la película de polipropileno orientada biaxialmente se forma mezclando un polipropileno (H) específico de cadena ramificada con un polipropileno lineal, tal como se ha descrito anteriormente, y la temperatura de cristalización de la masa fundida de la película específica de polipropileno orientada biaxialmente puede ser incrementada hasta 115°C o más, aunque la temperatura de cristalización de la masa fundida de un polipropileno ordinario es de unos 110°C como máximo, para definir una contribución a la facilidad de conservación a elevada temperatura. A saber, en un proceso de autoregeneración, cuando una película dieléctrica halla una ruptura dieléctrica debida a cualquier causa, la energía de la descarga generada dispersa el material depositado cerca de la parte de la descarga, y debido a la temperatura local elevada, la película se funde también parcialmente, pero se recrystaliza recuperando las propiedades aislantes. Si se eleva la temperatura ambiente del condensador no es probable que se produzca la recrystalización, lo que haría difícil la recuperación de las propiedades aislantes, pero en esta invención, dado que aumenta la temperatura de cristalización de la masa fundida puede mejorar la facilidad de conservación a elevada temperatura.

Además, dicha película de polipropileno orientada biaxialmente es más sobresaliente que la de polipropileno lineal, no solo en capacidad de formación de la película sino también en propiedades físicas tales como la resistencia a la tracción, dado que dicha película de polipropileno orientada biaxialmente con un grosor de 3 μm puede ser utilizada en aplicaciones cubiertas por una película de polipropileno lineal con un grosor de 4 μm .

En esta invención, se obtiene una mezcla mezclando el polipropileno específico (H) de cadena ramificada con un polipropileno lineal utilizado habitualmente, y el polipropileno (H) de cadena ramificada actúa como un agente nucleador de cristales α . Al igual que el polipropileno (H) de cadena ramificada, se utiliza un polipropileno de cadena ramificada cuya tensión de la masa fundida (MS) y cuya velocidad de fluencia de la masa fundida (MFR) medidas a 230°C satisfacen la relación expresada de: $\log (MS) > -0,56 \log (MFR) + 0,74$.

En lo que antecede, la tensión de la masa fundida medida a 230°C se mide utilizando un instrumento para medir la velocidad de fluencia de la masa fundida (MFR) especificada en la norma JIS K 7210. En particular, se utiliza un téster de medición de la tensión de la masa fundida fabricado por la firma Toyo Seiki Seisaku-sho, Ltd. El polipropileno se calienta hasta 230°C y el polipropileno fundido se descarga con una velocidad de extrusión de 15 mm/min para obtener un filamento. Se mide la tensión que actúa cuando se recoge el filamento a una velocidad de 6,4 m/min, como la tensión de la masa fundida (en cN). Además, la velocidad de fluencia de la masa fundida (MFR) medida a 230°C es el valor medido bajo una carga de 21,18 N según la norma JIS K 6758 (en g/10 min).

El polipropileno (H) de cadena ramificada de esta invención no está limitado especialmente, siempre que se satisfaga la fórmula anterior, pero es preferente en vista de la capacidad de formación de la película porque la velocidad de fluencia de la masa fundida (MFR) está comprendida dentro de un intervalo de 1 a 20 g/10 min. Un intervalo más preferente es de 1 a 10 g/10 min. Además, es preferente que la tensión de la masa fundida esté comprendida dentro de un intervalo de 1 a 30 cN, y un intervalo más preferente es de 2 a 20 cN. Si la tensión de la

masa fundida es pequeña, la uniformidad de los salientes es deficiente, y la proporción de la rugosidad Rz de la media de diez puntos con respecto a la rugosidad superficial media Ra de la línea central (Rz/Ra) aumenta. Además, la densidad de la rugosidad se hace asimismo pequeña (el número de salientes por unidad de superficie se hace pequeña). Si la tensión de la masa fundida es mayor, la uniformidad de los salientes tiende a ser mayor mientras que la proporción (Rz/Ra) tiende a ser menor.

Para obtener un polipropileno (H) de cadena ramificada, se puede utilizar preferentemente un método para combinar un oligómero o un polímero con una estructura ramificada, o un método para introducir una estructura ramificada de cadena larga en la molécula de polipropileno, tal como se describe en la norma JP62-121704A, o un método tal como el descrito en la patente japonesa N° 2869606, etc. En particular, pueden ponerse como ejemplo "Profax PF-814" fabricado por la firma Basell, "Daploy HMS-PP" (WB130HMS, WB135HMS, etc.) fabricados por la firma Borealis. Entre ellos, se puede utilizar preferentemente una resina obtenida por medio de un método de reticulación mediante un haz de electrones, dado que la cantidad del componente de gel en dicha resina es pequeño. La característica de la mezcla obtenida mediante la adición de dicha resina HMS al PP es que la temperatura de cristalización de la masa fundida sube hasta un intervalo comprendido entre 115 a 130°C, aunque la temperatura de cristalización de la masa fundida del PP es habitualmente de unos 110°C.

En esta invención, se añade un polipropileno (H) de cadena ramificada a una resina ordinaria de polipropileno, con lo que el límite superior de la cantidad añadida de dicho (H) es de 0,9% en peso. Es más preferente que la cantidad añadida sea de 0,05 a 0,7% en peso. Es preferente utilizar dicha composición de resina dado que dicha resina de polipropileno puede tener una superficie uniforme formada debido, por lo menos, a dos picos de fusión, observados en el momento de la medición en las segundas series, a saber, un pico saliente de 148 a 157°C además del primer pico a la temperatura de fusión de 160 a 172°C.

La mezcla de las cantidades según se ha descrito anteriormente, permite la fabricación de una película característica de polipropileno orientada biaxialmente que tiene una forma geométrica con una aspereza característica de tipo crep sobresaliente en la uniformidad de salientes y sobresaliente en el equilibrio entre uniformidad y densidad de rugosidad, teniendo una superficie rugosa con un satinado superficial de 90 a 130% y pudiendo presentar una sobresaliente facilidad de utilización y un elevado voltaje de ruptura incluso dentro de un amplio intervalo de temperaturas ambientes, desde -40°C a más de 90°C.

Después, el polipropileno lineal utilizado en la película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención es utilizado habitualmente como material de envasado y para condensadores. Es preferente que el polipropileno tenga una parte soluble en frío en xileno (abreviado en adelante como CXS) con un contenido del 4% o menos, y que satisfaga la expresión de relación de: $\log(\text{MS}) < -0,56 \log(\text{MFR}) + 0,74$, en donde MS es la tensión de la masa fundida y MFR es la velocidad de fluencia de la masa fundida, medidas respectivamente a 230°C. Si no se cumple la expresión de relación, la estabilidad de la formación de la película puede resultar deficiente llegado el caso y, pueden formarse huecos en la película orientada biaxialmente durante la fabricación de la película, llegado el caso. Además la estabilidad dimensional y la resistencia a la rotura del dieléctrico pueden disminuir considerablemente, llegado el caso.

La parte soluble en frío en xileno (CXS) se refiere al componente de polipropileno disuelto en xileno una vez que la película totalmente disuelta en xileno ha precipitado a temperatura ambiente. Se considera que el componente corresponde a un componente que no es probable que cristalice por motivos tales como una baja regularidad espacial y un reducido peso molecular. Si este componente está contenido en la resina en gran cantidad, se producen problemas tales como que la película tiene deficiencias en la estabilidad dimensional térmica y que el voltaje de ruptura del dieléctrico disminuye a elevada temperatura. Por consiguiente, es preferente que el contenido de CXS sea del 4% o menor, y más preferente que sea del 3% o menor. Un 2% o menos es especialmente preferente. Una película de polipropileno con dicho contenido de CXS puede ser obtenida utilizando un método de dominio público tal como un método de mejora de la actividad del catalizador cuando se obtiene la resina, o un método de lavado de la resina obtenida con un disolvente o un monómero de propileno "per se".

Desde los mismos puntos de vista, es preferente que la fracción mesopentad de dicha resina de polipropileno sea de 0,95 o mayor. Es más preferente 0,97 o mayor. La fracción mesopentad es un indicador de la regularidad espacial de la fase cristalina del polipropileno medida por medio del método de resonancia nuclear magnética (método NMR), y es preferente que el valor de la fracción mesopentad sea elevado, dado que un valor más elevado significa una mayor capacidad de cristalización, y mejora el punto de fusión y el voltaje de ruptura del dieléctrico a temperatura elevada. El límite superior de la fracción mesopentad no está especificado especialmente. Dicha resina con una elevada regularidad espacial puede ser obtenida mediante un método de lavado del polvo de la resina obtenida con un disolvente tal como n-heptano, tal como se ha descrito anteriormente, o un método de una selección apropiada del catalizador y/o del co-catalizador, o seleccionando la composición química.

Con respecto a la capacidad de formación de la película, es más preferente que el polipropileno lineal tenga una velocidad de fluencia de la masa fundida (MRF) de 1 a 10 g/10 min (a 230°C, con una carga de 21,18 N). Un intervalo especialmente preferente es de 2 a 5 g/10 min (a 230°C, con una carga de 21,18 N). La velocidad de fluencia de la masa fundida (MRF) puede ser mantenida dentro del intervalo antes mencionado mediante la

utilización, por ejemplo, de un método para el control del peso molecular medio y de la distribución del peso molecular.

El polipropileno lineal está compuesto principalmente por un homopolímero de propileno, pero puede contener asimismo un comonómero tal como otro hidrocarburo insaturado, o puede estar combinado asimismo con un copolímero de propileno hasta una cuantía tal que el objetivo de esta invención no quede afectado. Los ejemplos de dicho comonómero o del componente monómero de dicha combinación incluyen etileno, propileno (en el caso de combinación de copolímeros), 1-buteno, 1-penteno, 3-metilpenteno-1, 3-metilbuteno-1, 1-hexeno, 4-metilpenteno-1, 5-etilhexeno-1, 1-octeno, 1-deceno, 1-dodeceno, vinilciclohexeno, estireno, alilbenceno, ciclopenteno, norborneno, 5-metil-2-norborneno, etc. En lo que respecta a la cantidad copolimerizada o a la cantidad combinada, en vista de las diferentes propiedades de ruptura del dieléctrico y de la estabilidad dimensional, es preferente que la cantidad copolimerizada sea menor de 1 mol%, o que la cantidad combinada sea menor del 10% en peso.

Además, el polipropileno lineal puede contener aditivos de dominio público, tales como un agente nucleador de cristales, antioxidantes, un estabilizador térmico, agentes para el deslizamiento, agentes antiestáticos, agentes antibloqueo, cargas, modificadores de la viscosidad y de prevención de la coloración, hasta una cuantía tal que el objeto de la invención no quede afectado.

Entre ellos, según sea el caso, puede ser preferente en vista de la resistencia al calor a largo plazo, seleccionar los antioxidantes utilizados y las cantidades añadidas de los mismos. A saber, como antioxidantes son preferentes los compuestos en base fenol estéricamente impedidos y, es preferente, por lo menos como uno de los antioxidantes, un compuesto en base fenol de un peso molecular elevado, con un peso molecular de 500 o superior. Como antioxidantes pueden ponerse como ejemplo diversos compuestos y, por ejemplo, es preferente la utilización de 2,6-di-t-butil-p-cresol (BHT; peso molecular 220,4) en combinación con 1,3,5-trimetil-2, 4, 6-tris(3,5-di-t-butil-4-hidroxibencil)benceno, por ejemplo, Irganox (marca registrada) 1330, fabricado por la firma Ciba Geigy, peso molecular 775,2) o tetrakis[metileno-3(3, 5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato]metano (por ejemplo, Irganox 1010 fabricado por la firma Ciba Geigy, peso molecular 1.177,7), etc. Es preferente que el contenido total de estos antioxidantes esté comprendido dentro de un intervalo de 0,03 a 1% en peso en base al peso total de polipropileno. Si el contenido de los antioxidantes es demasiado pequeño, la resistencia al calor a largo plazo puede ser deficiente, llegado el caso. Si el contenido de los antioxidantes es demasiado elevado, los antioxidantes pueden exudar produciendo un bloqueo a elevada temperatura que afecte negativamente, llegado el caso, al elemento condensador. Un contenido más preferente está comprendido dentro del intervalo de 0,1 a 0,9% en peso y un intervalo especialmente preferente es de 0,2 a 0,8% en peso.

En esta invención, se puede añadir un agente nucleador de cristales hasta una cuantía tal que el objetivo de la presente invención no quede afectado. Tal como se ha descrito anteriormente, la resina de polipropileno de cadena ramificada actúa "per se" como un agente nucleador de cristales α . Como otros agentes nucleadores puestos como ejemplo, existen agentes nucleadores de cristales α (dibencilideno sorbitol, benzoato sódico, etc.) y agentes nucleadores de cristales β (hidroxiestearato 1,2 de potasio, benzoato de magnesio, compuestos basados en amidas tales como N,N'-diciclohexil-2, 6-dicarboxamida de naftaleno, compuestos basados en quinacridona, etc.), etc.

No obstante, en esta invención, si se añade alguno de estos agentes nucleadores de cristales, puede ser difícil obtener la rugosidad superficial prevista, y las propiedades eléctricas tales como la resistividad a temperatura elevada pueden quedar afectadas negativamente. Es preferente que la cantidad añadida sea menor de 0,1% en peso, y es más preferente que el agente nucleador de cristales no sea añadido de forma sustancial.

La película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención puede ser obtenida mediante la utilización de materias primas capaces de proporcionar las propiedades mencionadas anteriormente, y de orientarla biaxialmente. El método de orientación biaxial puede ser cualquiera de los métodos de estirado biaxial simultáneo utilizando un método de hinchado, un método de estirado biaxial simultáneo utilizando un "stenter" (o rame) y un método posterior de estirado biaxial utilizando un rame. Entre los mismos, a la vista de la estabilidad de formación de la película, de la uniformidad de grosor y del control de la forma geométrica de la superficie de la película, la película formada por medio de un método secuencial de estirado biaxial utilizando un rame puede ser utilizado preferentemente. Es preferente que el grosor de la película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención sea de 1,5 a 50 μm . Un intervalo más preferente es de 2,0 a 30 μm , y un intervalo especialmente preferente es de 2,5 a 20 μm . Si el grosor de la película es demasiado delgado, la resistencia mecánica y la resistencia a la ruptura del dieléctrico pueden resultar deficientes. No es preferente que el grosor de la película sea demasiado grande por los motivos de que es difícil formar una película uniformemente gruesa, y además porque en el caso en que sea utilizada como dieléctrico de un condensador, la capacidad volumétrica queda reducida.

Además, es preferente que el contenido en cenizas de la película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención sea de 50 ppm o menos. Es más preferente 30 ppm o menos, y es especialmente preferente 20 ppm o menos. Si el contenido en cenizas es demasiado elevado, disminuyen las propiedades a la rotura dieléctrica de la película, y en el caso en que sea utilizada en un condensador, la resistencia a la ruptura del dieléctrico puede disminuir, llegado el caso. Para mantener el contenido de cenizas dentro de este intervalo, es importante utilizar materiales que contengan solamente una pequeña cantidad de residuos de un catalizador, y un método para la

disminución de la contaminación procedente del sistema de extrusión para la formación de la película siempre que sea posible, por ejemplo se puede utilizar un método de exudado durante más de 1 hora.

La película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención puede ser utilizada preferentemente como película dieléctrica de un condensador, no estando limitado el tipo de condensador. En particular, en vista de la constitución del electrodo, puede ser utilizada en un condensador de láminas enrolladas y en un condensador de película metalizada, y puede ser utilizada asimismo en un condensador sumergido en aceite, impregnado con un aceite aislante y en un condensador en seco que no utilice ningún tipo de aceite aislante. Además, en vista de la forma, puede ser utilizada en un condensador enrollado y en un condensador estratificado. No obstante, en vista de las propiedades de la película de esta invención, es especialmente preferente utilizar la película en un condensador de película metalizada. La energía superficial de una película de polipropileno es reducida, y es difícil depositar un metal de manera estable. Por consiguiente, para una mejor adherencia del metal es preferente tratar previamente la superficie.

Los ejemplos de tratamiento superficial incluyen tratamiento de descarga corona, tratamiento de plasma, tratamiento de incandescencia, tratamiento a la llama, etc. La tensión superficial en húmedo de una película de polipropileno ordinaria es aproximadamente de 30 mN/m, y es preferente aplicar cualquiera de los tratamientos superficiales, si que se puede conseguir una tensión en húmedo de 37 a 50 mN/m, preferentemente de aproximadamente 39 hasta aproximadamente 48 mN/m para asegurar una adherencia adecuada a la capa de metal y una facilidad de conservación correcta.

El método para producir la película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención se explica a continuación, pero el método no está limitado a lo explicado a continuación.

Una combinación obtenida combinando una resina de polipropileno de tensión elevada de la masa fundida con una resina de polipropileno lineal es amasada una vez fundida, es pasada a través de un filtro, es extruida mediante una matriz de rendija a una temperatura de 220 a 280°C, y es solidificada en un tambor de enfriamiento para obtener una lámina moldeada. En este caso, es preferente controlar de forma apropiada la temperatura del tambor de enfriamiento para producir cristales β de manera apropiada, para obtener la película de esta invención. Para producir cristales β de forma eficiente, es preferente mantener la lámina a la temperatura de la resina para maximizar de forma eficiente la producción de cristales β durante un periodo de tiempo predeterminado. Se considera que la temperatura debe ser habitualmente de 115 a 135°C. Es preferente que el tiempo de mantenimiento sea de 1 segundo o mayor. Para conseguir estas condiciones, el proceso se puede determinar de manera adecuada como respuesta a la temperatura de la resina, a la cantidad extruida, a la velocidad de recogida, etc. En vista de la productividad, dado que el diámetro del tambor de enfriamiento afecta considerablemente al tiempo de permanencia, es preferente que el diámetro del tambor sea, por lo menos, de 1 m o más. Además, la temperatura del tambor de enfriamiento a seleccionar es arbitraria hasta cierto punto, dado que está afectada por otros factores tales como los descritos anteriormente, pero es preferente que la temperatura sea de 70 a 120°C. Un intervalo más preferente es de 80 a 110°C, y un intervalo especialmente preferente es de 85 a 100°C. Si la temperatura del tambor de moldeo es demasiado elevada, la cristalización de la película progresa demasiado rápidamente, haciendo que el estirado en la etapa siguiente sea difícil, y puedan formarse huecos en la película que disminuyen la resistencia a la ruptura del dieléctrico, llegado el caso. El método para hacer que la lámina se adhiera al tambor de enfriamiento puede ser cualquier método de aplicación electrostática, un método de adherencia utilizando la tensión superficial del agua, un método de cuchilla de aire, un método de rodillo de presión, un método de moldeo sumergido, etc. El método de cuchilla de aire es preferente dado que asegura una buena planitud y permite el control de la rugosidad superficial.

Posteriormente, la película moldeada es estirada biaxialmente para ser orientada biaxialmente. Al principio, la película moldeada pasa entre rodillos que se mantienen entre 120 y 150°C para su precalentamiento, y sucesivamente dicha lámina pasa entre rodillos que se mantienen a una temperatura de 130 a 150°C con una velocidad circunferencial diferente, para ser estirada de 2 a 6 veces en la dirección de la máquina, y ser enfriada hasta la temperatura ambiente. Sucesivamente, la película estirada es introducida en un rame, estirada de 5 a 15 veces en dirección transversal a una temperatura de 150 a 170°C, destensada de 2 a 20% en la dirección transversal mientras es fijada mediante calor a una temperatura de 140 a 170°C y enrollada. Posteriormente, la película es tratada con descargas corona al aire, con nitrógeno, con dióxido de carbono gaseoso o con una mezcla de gases compuesta de los anteriores sobre la superficie a metalizar, para una adherencia mejor a un metal depositado, y es enrollada mediante una devanadora.

La película obtenida es fijada en un dispositivo de metalizado en vacío y recubierta con un aceite, utilizando un dispositivo de recubrimiento del tipo de huecogrado para formar ranuras de aislamiento adecuadas para cada propósito. A continuación, se deposita un metal adecuado para cada caso para conseguir una resistencia predeterminada de la película. La película metalizada es cortada en tiras y dispuesta en forma de un par de bobinas de película metalizada para fabricar elementos de condensador. A continuación, las películas metalizadas son enrolladas en la forma de un elemento, seguido de un aplanado con una prensa en caliente, pulverizando un metal (proceso "metallikon") en los extremos, fijando cables, impregnando con un aceite aislante si fuera preciso, y disponiendo un envase exterior para fabricar un condensador.

A continuación se describen los métodos para medir los valores característicos y los métodos para evaluar sus efectos en esta invención.

(1) Grosor de la película (μm)

El grosor fue medido utilizando un micrómetro según 7.4.1.1 de la norma JIS C 2330 (2001).

(2) Satinado

Los valores del satinado fueron medidos en cinco puntos con un ángulo de incidencia de 60° y un ángulo de recepción de la luz de 60° utilizando un medidor digital de satinado de ángulo variable UGV-5D fabricado por la firma Suga Test Instruments Co., Ltd. según la norma JIS K 7105, y promediados para obtener el satinado.

(3) Viscosidad intrínseca ($[\eta]$)

Se disolvieron cero coma un miligramos (0,1 mg) de una muestra en 100 ml de tetralina a 135°C , y se midió la viscosidad de la solución en un baño termostático a 135°C utilizando un viscosímetro. Se utilizó la viscosidad específica S para obtener la viscosidad intrínseca $[\eta]$ mediante la fórmula siguiente (en dl/g).

$$[\eta] = (S / 0,1) \times (1 + 0,22 \times S)$$

(4) Velocidad de fluencia de la masa fundida (MFR)

Se midió la velocidad de fluencia de la masa fundida según el método de ensayo del polipropileno (a 230°C , 21,18 N) descrito en la norma JIS K 6758.

(5) Tensión de la masa fundida (MS)

La tensión de la masa fundida fue medida utilizando un instrumento para la medición de la MFR descrito en la norma JIS K 7210. Se utilizó el dispositivo de medición de la tensión de la masa fundida fabricado por la firma Toyo Seiki Seisaku-sho, Ltd. El polipropileno fue calentado a 230°C y el polipropileno fundido fue extruido con una velocidad de extrusión de 15 mm/min para obtener un filamento. El filamento fue recogido a una velocidad de 6,5 m/min cuando se midió la tensión como la tensión de la masa fundida.

(6) Observación de la forma geométrica de la superficie y el tamaño de los cráteres

El tamaño de los cráteres fue medido mediante la formación de una capa de aluminio depositada sobre la superficie de una película y observándola con un microscopio de interferencia diferencial (OPTIPHOT fabricado por la firma NIKON).

Se observaron cinco campos visuales (el área de observación de cada campo era de $0,73 \times 0,95 \text{ mm}$) en cada superficie y fueron respectivamente fotografiados para confirmar visualmente la forma geométrica de la superficie. Un cráter es una forma de una superficie puntual que tiene una periferia "de circular a elíptica" (en adelante indicada en general como "elíptica"). Las formas típicas son disposiciones puntuales de superficies elípticas mostradas en la figura 3, y las partes del borde de las formas elípticas fueron observadas como formas salientes relativamente definidas y continuas (como cadenas montañosas) en el gráfico de rugosidad superficial. Habitualmente la mayor parte de las formas son formas elípticas perfectamente cerradas, pero se observan algunas formas como formas elípticas cerradas imperfectamente, es decir, arcos circulares. Incluso una forma elíptica cerrada imperfectamente con una longitud del arco circular correspondiente al 70% o más de la longitud periférica de la elipse formada mediante la extrapolación de la elipse cerrada imperfectamente, fue definida como un cráter. El tamaño del cráter fue definido como el eje principal de la elipse definida como un cráter como éste. Los tamaños de los cinco cráteres mayores observados en cada campo visual fueron promediados y además los valores medios de los cinco campos visuales se promediaron para obtener el tamaño del cráter.

(7) Punto de fusión y temperatura de cristalización de la masa fundida ($^\circ\text{C}$)

Se utilizó un calorímetro diferencial de exploración RDC220 fabricado por la firma Seiko para realizar la medición en las condiciones siguientes.

Preparación de la muestra

Cinco miligramos (5 mg) de una muestra se envasaron herméticamente en una cubeta de aluminio para su ensayo. Si la película tenía metal depositado o similar, el metal fue eliminado adecuadamente.

Medición

La película fue fundida, recristalizada y fundida de nuevo en las etapas siguientes (a) → (b) → (c). El pico de temperatura de fusión más elevado en el pico de fusión observado en la segunda serie fue identificado como el punto de fusión de la resina. Los valores de las tres muestras se promediaron.

(a) primera serie 30°C → 280°C (velocidad de calentamiento 20°C/min)

(b) Tmc se mantuvo a 280°C durante 5 minutos y se enfrió a 30°C a 20°C/min

(c) segunda serie 30°C → 280°C (velocidad de calentamiento 20°C/min)

(8) Fracción mesopentad (mmmm)

Se disolvió una muestra en un disolvente para obtener la fracción mesopentad (mmmm) utilizando ¹³C-NMR en las siguientes condiciones (Documento de referencia: "New Edition, Polymer Analysis Handbook" (Manual de análisis de polímeros, nueva edición), Polymer Analysis & Characterization, The Japan Society for Analytical Chemistry, (Análisis y caracterización de polímeros, Sociedad japonesa de química analítica) 1995, páginas 609-611).

A. Condiciones de medición

Instrumento: DRX-500 fabricado por la firma Bruker

Núcleo de medición: núcleo ¹³C (frecuencia de resonancia, 125,8 MHz)

Concentración de la medición: 10% en peso

Disolvente: benceno/ortodiclorobenceno-d₄ = solución de la mezcla 1:3

Temperatura de medición: 130°C

Velocidad de rotación: 12 Hz

Tubo de ensayo de NMR: tubo de 5 mm

Amplitud de los impulsos: 45° (4,5 μs)

Periodo de repetición de los impulsos: 10 segundos

Punto de datos: 64 K

Veces de la conversión: 10.000 veces

Modo de medición: desacoplamiento completo

B. Condiciones del análisis

Se llevó a cabo una transformación de Fourier con un LB (factor de ensanchado de línea) de 1,0 para identificar el pico mmmm como 21,86 ppm. Se utilizó el programa WINFIT (desarrollado por Bruker) para dividir el pico. En este caso, el pico en el lado del campo magnético alto se dividió tal como se indica a continuación, y además el programa fue ajustado automáticamente para optimizar la división del pico. El total de fracciones del pico de mmmm y de ss (pico de la banda del lado de rotación de mmmm) fue utilizado como la fracción mesopentad (mmmm).

Entretanto, se utilizaron cinco muestras y se obtuvo el valor medio.

Pico

(a) mrrm

(b) (c) rrrm (dividido como dos picos)

(d) rrrr

(e) mrrm + rmrr

(f) mmrr

(g) mmmr

(h) ss (pico de mmmm en el lado de rotación de la banda)

(i) mmmm

(j) rmmr

(9) Proporción del peso molecular promedio con respecto al número promedio del peso molecular (M_w/M_n)

Se utilizó cromatografía de permeación de gel (GPC) para obtener los pesos moleculares con referencia al polistireno monodispersado.

El número promedio de peso molecular (M_n) y el peso promedio del peso molecular (M_w) se definen mediante las fórmulas siguientes a partir del número de moléculas (N_i) del peso molecular (M_i) en cada posición de elusión de la curva GPC obtenida por medio de la curva de calibración del peso molecular.

Número promedio del peso molecular: $M_n = \sum(N_i \cdot M_i) / \sum N_i$

Peso promedio del peso molecular: $M_w = \sum(N_i \cdot M_i^2) / \sum(N_i \cdot M_i)$

Distribución del peso molecular: M_w/M_n

Entretanto, las condiciones de medición fueron las siguientes (los números entre paréntesis son los de los realizadores).

Instrumento: cromatógrafo de permeación de gel GPC-150C (Waters)

Detector: Detector RI de índice diferencial refractivo, sensibilidad x 32, 20% (Waters)

Columna: Shodex HT0806M (2) (Showa Denko)

Disolvente: 1, 2, 4, -triclorobenceno (0,1% en peso/vol del BHT añadido (Ardrich)

Velocidad del flujo: 1,0 ml/min

Temperatura: 135°C

Muestra: condiciones de disolución ... 165 ± 5°C x 10 min (agitación)

Concentración ... 0,20% en peso/vol

Filtrado ... Filtro de membrana con tamaño de poro de 0,45 µm (Showa Denko)

Cantidad inyectada: 200 µl

Calibrado del peso molecular: se utilizó la relación entre el peso molecular y el tiempo de retención, obtenida mediante la medición del polistireno monodisperso (Tosoh Corp.) bajo las mismas condiciones que las de una muestra, para determinar el peso molecular del polipropileno. Este valor es un valor relativo en referencia al polistireno.

Datos del procesamiento: se utilizó el sistema de datos de procesamiento GPC desarrollado por Toray Research Center, Inc.

(10) Parte soluble en frío en xileno (CXS)

Se disolvieron cero coma cinco gramos (0,5 g) de una muestra de película de polipropileno en 100 ml de xileno hervido, y se dejó enfriar la solución y se recristalizó en un baño termostático a 20°C durante 1 hora. Posteriormente, el componente basado en polistireno disuelto en el filtrado fue determinado mediante cromatografía de líquidos (X (g)). El valor medido con precisión (X0 (g)) de 0,5 g de la muestra fue utilizado para obtener el contenido de CXS a partir de la fórmula siguiente.

$$\text{CXS (\% en peso)} = X / X_0 \times 100$$

(11) Rugosidad media (Ra) en la línea central y rugosidad media de 10 puntos (Rz)

Estos valores de la rugosidad fueron medidos utilizando el “Instrumento tridimensional sin contacto de medición de microfiguras” (ET-30HK) y el “Analizador tridimensional de rugosidad” (Modelo SPA-11) fabricados respectivamente por la firma Kosaka Laboratory Ltd. Se promediaron los tres valores medidos. Las condiciones detalladas fueron las siguientes.

Tratamiento de la superficie de ensayo: la superficie de ensayo tenía aluminio depositado al vacío, y fue medida mediante un método sin contacto.

Longitud de medición: 1 mm

Amplificación transversal: x 200

Amplificación longitudinal: x 20.000

Corte: 0,25 mm

Velocidad de avance en dirección transversal: 0,1 mm/seg

Paso de avance en dirección longitudinal: 10 μ m

Frecuencia de avance en dirección longitudinal: 20 veces

Dirección de medición: dirección transversal de la película.

(12) Voltaje de ruptura del dieléctrico (V/ μ m)

El valor medio (Xav) y el valor mínimo (Xmin) se obtuvieron según el método B (método de la placa de electrodo) según 7.4.11.2 de la norma JIS C 2330 (edición 2001) y se dividieron por el grosor (μ m) de la película de muestra medida, expresados en V/ μ m.

Incluso si Xav es grande y correcto, un Xmin pequeño significa que la variación es grande y pueden producirse problemas. De este modo es deseable que Xmin corresponda al 60% o más de Xav.

(13) Evaluación de las características del condensador metalizado

Cada una de las películas obtenidas en los ejemplos respectivos y en los ejemplos comparativos descritos más adelante, es metalizada con una cierta forma con aluminio con la utilización de un dispositivo de metalización al vacío fabricado por la firma ULVAC para formar la denominada configuración marginal en T, con un margen formado en la dirección perpendicular a la dirección longitudinal, y para conseguir una resistencia de la película de 0,5 Ω /sq. De este modo, se obtuvo una bobina de película metalizada con una anchura de 50 mm.

A continuación, se utilizó un dispositivo de enrollado de elementos fabricado por la firma Kaido Manufacturing Co., Ltd. para obtener un elemento enrollado a partir de la bobina y se pulverizó un metal sobre el mismo (metallikon). A continuación, fue tratado en el vacío a una temperatura de 120°C durante 16 horas y se fijaron los cables. El elemento se encapsuló en una resina epoxi para ser terminado como un elemento condensador. La capacitancia del elemento condensador era de 10 μ F.

Se utilizaron cinco elementos condensadores obtenidos de la forma descrita. Se aplicó una tensión de 500 V de corriente continua a los elementos condensadores a temperatura ambiente, y después de un lapso de 10 minutos manteniendo la tensión a 500 V de corriente continua, se elevó la tensión aplicada de forma repetida en 50 V de corriente continua por etapas. Los valores de la capacitancia medidos en las etapas respectivas fueron registrados en el gráfico, y la tensión en la que la capacitancia llegó al 80% del valor inicial fue dividida por el grosor de la película para identificar el voltaje de ruptura. Además, la tensión se aumentó hasta que la capacitancia llegó a ser el 5% o menos del valor inicial, y los elementos condensadores fueron desmontados para examinar el estado de la ruptura. Se evaluó la facilidad de conservación según el criterio siguiente.

Estado	Grado
La forma del elemento no cambió ni se observó ninguna ruptura completa	4
La forma del elemento no cambió, pero se observó ruptura completa en 10 capas o menos	3
La forma del elemento cambió o se observó una ruptura completa en más de 10 capas	2

El elemento se rompió

1

El grado 4 permite la utilización sin ningún problema, y el grado 3 permite la utilización dependiendo de las condiciones. Los grados 2 y 1 ocasionan un problema práctico.

[Ejemplos]

Los efectos de esta invención se explican además a continuación haciendo referencia a ejemplos.

La tabla 1 muestra las propiedades de las resinas utilizadas en los ejemplos.

[Tabla 1]

Nombre	Tm °C	Tmc °C	mmmm	% CXS	Mw/Mn	Observación
PP-A	167	110	0,985	0,9	6,5	Fabricado por Prime Polymer
PP-B	166	110	0,98	1,1	7,8	Fabricado por Borealis
PP-C	163	109	0,934	3,2	6,6	Fabricado por Prime Polymer

Tm: Punto de fusión

Tmc: Temperatura de cristalización de la masa fundida

mmmm: fracción mesopentad

CXS: Parte soluble en frío en xileno

Mw/Mn: Proporción en peso del peso molecular medio con respecto al número promedio del peso molecular

Ejemplos 1 a 3 y Ejemplos de referencia 1 a 2

Un PP con una tensión elevada de la masa fundida (Profax PF-814; en adelante denominado HMS) fabricado por la firma Basell fue añadido a una resina de polipropileno (PP lineal: resina PP-A) fabricado por la firma Prime Polymer Co., Ltd. de la Tabla 1, con la cantidad añadida de HMS mantenida en 0,1% en peso (Ejemplo 1), 0,3% en peso (Ejemplo 2), 0,5% en peso (Ejemplo 3), 1,0% en peso (Ejemplo de referencia 1), ó 1,5% en peso (Ejemplo de referencia 2), en base al peso total de la resina.

Cada resina fue amasada en fusión por medio de un dispositivo de extrusionado y se extruyó en forma de lámina con una matriz T de ranura a una temperatura de la resina de 265°C. La lámina fundida fue enfriada y solidificada sobre un tambor de enfriamiento de un diámetro de 1 m mantenido a 90°C. El tiempo de permanencia de 115 a 135° C fue de 1,3 segundos como resultado de una medición utilizando un termómetro de radiación.

A continuación, se precalentó la lámina a 135°C y se la hizo circular sucesivamente entre unos rodillos mantenidos a una temperatura de 145°C con velocidad circunferencial diferente para ser estirada 5 veces en la dirección de la máquina. A continuación, la película fue introducida en un rame, para ser estirada hasta 9 veces en dirección transversal a una temperatura de 158°C y fue destensada un 5% en la dirección transversal mientras era tratada a 162°C para obtener una única capa de película de polipropileno orientada biaxialmente con un grosor de 2,9 µm. Además, la superficie de dicha película de capa única fue tratada con descarga corona al aire con una intensidad de tratamiento de 25 W.min/m². Las propiedades de las películas orientadas biaxialmente obtenidas, tal como se ha descrito anteriormente, se muestran en la Tabla 2. Además, las figuras 1 y 2 son una fotografía de la superficie tomada mediante un microscopio de interferencia diferencial. Además, un gráfico de rugosidad superficial, respectivamente, que muestran la superficie en el lado del tambor de enfriamiento del Ejemplo 3. Se puede observar la aspereza de tipo crep y la aspereza en forma de cráter. La aspereza de tipo crep puede ser observada en el gráfico de rugosidad como la ondulación de la configuración de la superficie básica aparte de los grandes salientes.

Todos los ejemplos son sobresalientes en cuanto a voltaje de ruptura y características de condensador. No obstante, cuando la cantidad añadida de HMS era de 1,5 % en peso o mayor, el voltaje de ruptura tendía a disminuir algo.

Ejemplo 4

Se utilizó la misma composición de resina que en el Ejemplo 3 para obtener una película, excepto que las condiciones de formación de la película eran tales que la temperatura de precalentamiento y la temperatura de estirado para el estirado longitudinal se aumentaron respectivamente en 4°C, para el precalentamiento a 139°C y a continuación el estirado a 149°C. La fotografía con el microscopio de interferencia diferencial que muestra la superficie de la película obtenida de esta manera sobre el lado del tambor de enfriamiento se muestra en la figura 7, y el gráfico de rugosidad se muestra en la figura 8. Dado que se aumentó la temperatura de estirado longitudinal, se intensificó la rugosidad de la configuración básica de la superficie y, tal como se muestra en la Tabla 2, se confirmó que Ra resultó algo mayor, mientras que Rz/Ra resultó algo menor, para uniformizar la rugosidad.

El voltaje de ruptura de esta película fue algo más bajo que el del Ejemplo 3. Cuando esta película fue utilizada para preparar elementos de condensador, se produjo una ligera tendencia al encastrado, pero cuando las condiciones se optimizaron, se pudo obtener una correcta capacidad de enrollado del elemento. Además, tal como se muestra en la

Ejemplo comparativo 1

Se obtuvo una película tal como se describe en el Ejemplo 1, excepto en que solamente se utilizó la resina PP-A sin añadir HMS.

La fotografía con el microscopio de interferencia diferencial que muestra la superficie de la película obtenida de esta manera sobre el lado del tambor de enfriamiento, se muestra en la figura 3, y el gráfico tridimensional de rugosidad superficial se muestra en la figura 4. Tal como se puede ver en la figura 3, se podía observar una configuración superficial consistente en grandes salientes tipo cráter y una superficie plana y, esto mismo se podía confirmar por el gráfico de rugosidad de la figura 4. Además, tal como se muestra en la Tabla 2, esta película tenía deficiencias en las características de voltaje de ruptura del dieléctrico y en las características del condensador.

Ejemplos comparativos 2 y 3

Se formaron películas tal como se describe en los Ejemplos 1 y 2, excepto en que la temperatura del tambor de enfriamiento era de 50°C. Cuando se utilizó un termómetro de radiación para medir la temperatura, las películas solamente podían ser mantenidas entre 115 y 135°C durante 0,5 segundos o menos. Se podían observar las asperezas tipo crep en las películas obtenidas de este modo, pero no se podían observar las asperezas de tipo cráter. Las láminas tenían unas propiedades de voltaje de ruptura muy elevadas, pero una baja facilidad de conservación, mostrando un problema en las características prácticas del condensador.

Ejemplo comparativo 4

Se fabricó una película y se evaluó tal como se describe en el Ejemplo 1, excepto en que la cantidad añadida de HMS fue del 3% en peso.

La forma geométrica de la superficie de la película estirada biaxialmente obtenida de esta forma en el lado del tambor de enfriamiento se muestra en las figuras 5 y 6. Se obtuvieron asperezas uniformes de tipo crep totalmente libres de asperezas de tipo cráter, y cuando la película fue enrollada en la etapa de enrollado en una máquina de formación de la película se encastró en la dirección transversal. Asimismo cuando se cortó la película a una anchura reducida, se produjo el mismo problema. El voltaje de ruptura de la lámina era bajo.

Ejemplos 5 y 6

Se obtuvieron películas tal como se describe en el Ejemplo 2, utilizando PP-B y PP-C como resinas de polipropileno y se halló que tenían unas propiedades eléctricas sobresalientes.

Tabla de ejemplos, ejemplos comparativos y ejemplos de referencia

[Tabla 2a]

	Composición de la resina (en % del peso)	Temperatura del tambor de enfriamiento (en ° C)	Satinado (%)		Diámetro del cráter		Ra (µm)		Rz (µm)		Rz/ Ra	
			Superficie A	Superficie B	Superficie A	Superficie B	Superficie A	Superficie B	Superficie A	Superficie B	Superficie A	Superficie B
Ejemplo 1	PP-A (99,9) + HMS (0,1)	90	125	127	99	140	0,04	0,04	1,10	1,15	27,5	28,8
Ejemplo 2	PP-A (99,7) + HMS (0,3)	90	123	125	93	135	0,04	0,05	1,08	1,12	27,0	22,4
Ejemplo 3	PP-A (99,5) + HMS (0,5)	90	121	123	80	120	0,04	0,05	1,00	1,08	25,0	21,6
Ejemplo de ref. 1	PP-A (99,0) + HMS (1,0)	90	120	121	75	104	0,05	0,06	0,98	1,05	19,6	17,5
Ejemplo de ref. 2	PP-A (98,5) + HMS (1,5)	90	115	115	75	96	0,05	0,05	0,96	1,00	19,2	20,0
Ejemplo 4	PP-A (99,5) + HMS (0,5)	90	100	100	80	120	0,06	0,06	1,00	1,08	16,7	18,0
Ejemplo compar. 1	PP-A (100)	90	135	137	160	256	0,03	0,04	1,20	1,25	40,0	31,3
Ejemplo compar. 2	PP-A (99,0) + HMS (1,0)	50	129	131	S.D.	S.D.	0,03	0,03	,046	0,40	15,3	13,3
Ejemplo compar. 3	PP-A (98,5) + HMS (1,5)	50	125	125	S.D.	S.D.	0,04	0,04	0,30	0,25	7,5	6,3
Ejemplo compar. 4	PP-A (97,0) + HMS (3,0)	90	85	86	S.D.	S.D.	0,06	0,07	0,60	0,65	10,0	9,3
Ejemplo 5	PP-A (99,7) + HMS (0,3)	85	122	123	95	123	0,04	0,04	1,10	1,15	27,5	28,8
Ejemplo 6	PP-A (99,7) + HMS (0,3)	85	123	124	90	115	0,04	0,04	1,08	1,20	27,0	30,0

Superficie A: lado de enfriamiento del tambor

Superficie B: lado sin enfriamiento del tambor

S.D. = sin datos

[Tabla 2b]

	Composición de la resina (en % del peso)	Grosor de la película (μm)	Voltaje de ruptura del dieléctrico ($\text{V}/\mu\text{m}$)			Propiedades del condensador	
			Xav	Xmin	Xmin/av (%)	voltaje de ruptura ($\text{V}/\mu\text{m}$)	Capacidad de conservación
Ejemplo 1	PP-A (99,9) + HMS (0,1)	2,9	600	490	82	380	Grado 4
Ejemplo 2	PP-A (99,7) + HMS (0,3)	2,9	635	524	83	396	Grado 4
Ejemplo 3	PP-A (99,5) + HMS (0,5)	2,9	640	550	86	413	Grado 4
Ejemplo de referencia 1	PP-A (99,0) + HMS (1,0)	2,9	620	550	89	397	Grado 4
Ejemplo de referencia 2	PP-A (98,5) + HMS (1,5)	2,9	590	520	88	344	Grado 4
Ejemplo 4	PP-A (99,5) + HMS (0,5)	2,9	625	540	86	380	Grado 4
Ejemplo comparativo 1	PP-A (100)	2,9	520	400	77	310	Grado 2
Ejemplo comparativo 2	PP-A (99,0) + HMS (1,0)	2,9	640	550	86	410	Grado 2
Ejemplo comparativo 3	PP-A (98,5) + HMS (1,5)	2,9	630	570	90	405	Grado 2
Ejemplo comparativo 4	PP-A (97,0) + HMS (3,0)	2,9	560	505	90	310	Grado 4
Ejemplo 5	PP-A (99,7) + HMS (0,3)	3,5	630	554	88	390	Grado 4
Ejemplo 6	PP-A (99,7) + HMS (0,3)	3,5	620	550	89	385	Grado 4

[Aplicabilidad industrial]

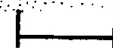
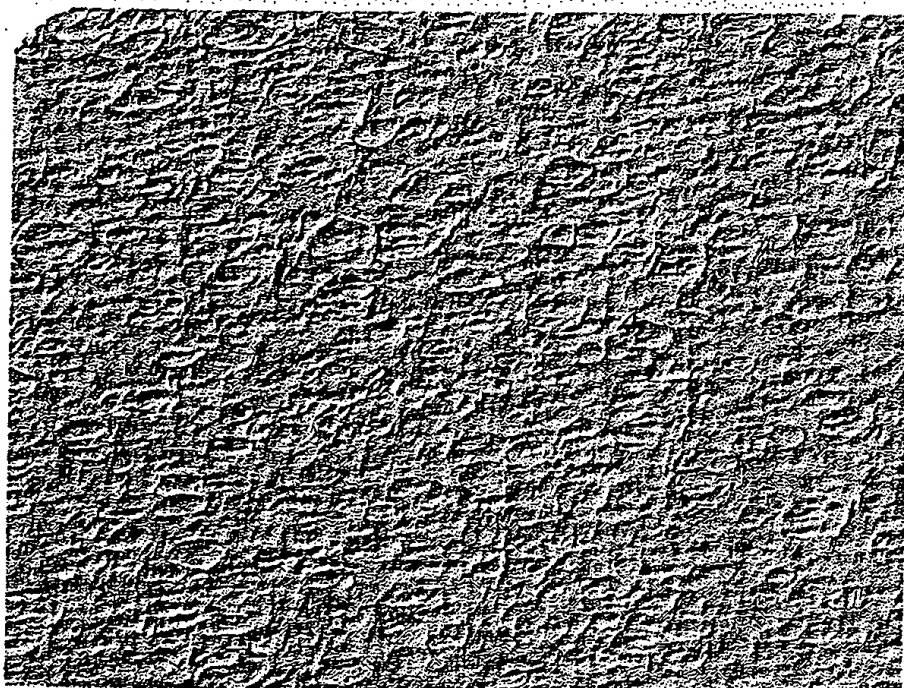
- 5 La película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención puede ser utilizada de forma adecuada en envasado, aplicaciones industriales, etc. Además, la película de polipropileno orientada biaxialmente de esta invención es especialmente adecuada como dieléctrico de un condensador, dado que su capacidad de procesamiento y su voltaje de ruptura a elevada temperatura son excelentes.

REIVINDICACIONES

1. Película de polipropileno orientada biaxialmente, formada por una resina de polipropileno compuesta principalmente de propileno, una de cuyas superficies tiene, por lo menos, una configuración básica de la superficie consistente en una aspereza de tipo crep, y tiene una rugosidad media (Rz) de 10 puntos de 0,5 a 1,5 µm, medida en la dirección transversal de una película de ensayo con aluminio depositado al vacío y un satinado de la superficie de 90 a 135%, en la que dicha resina de polipropileno se obtiene mezclando un polipropileno (H) de cadena ramificada con un polipropileno lineal,
en la que el polipropileno (H) de cadena ramificada satisface la relación
$$\log (MS) > -0,56 \log (MFR) + 0,74$$

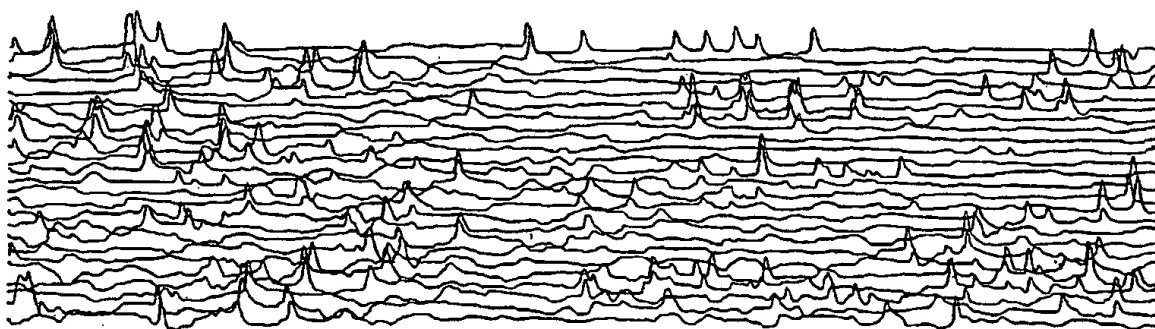
la tensión de la masa fundida (MS, 230°C) indica la tensión en cN cuando es medida con una velocidad de extrusión de 15 mm/min y una velocidad de recogida de 6,5 m/min, y
la velocidad de fluencia de la masa fundida (MFR, 230°C) es medida a una carga de 21,18 N según la norma JIS K 6758,
en la que dicha resina de polipropileno contiene de 0,05 a 0,9% en peso de dicho polipropileno (H) de cadena ramificada.
2. Película de polipropileno orientada biaxialmente, según la reivindicación 1, en la que dicha superficie de la película contiene asperezas tipo cráter y siendo los ejes principales de los cráteres de 150 µm o menores.
3. Película de polipropileno orientada biaxialmente, según la reivindicación 1 ó 2, en la que la proporción (Rz/Ra) de la rugosidad media (Rz) de 10 puntos con respecto a la rugosidad (Ra) en la línea media, por lo menos, de una de las superficies de la película es de 8 o más, siendo medida la rugosidad media (Rz) de 10 puntos y la rugosidad (Ra) en la línea media en la dirección transversal de una película de ensayo con aluminio depositado al vacío.
4. Película de polipropileno orientada biaxialmente, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el contenido de dicho polipropileno (H) de cadena ramificada es de 0,1 a 0,9% en peso.
5. Película de polipropileno orientada biaxialmente, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que el grosor de dicha película de polipropileno orientada biaxialmente es de 1 a 5 µm.

Fig. 1



100um

Fig. 2



100um

Fig. 3

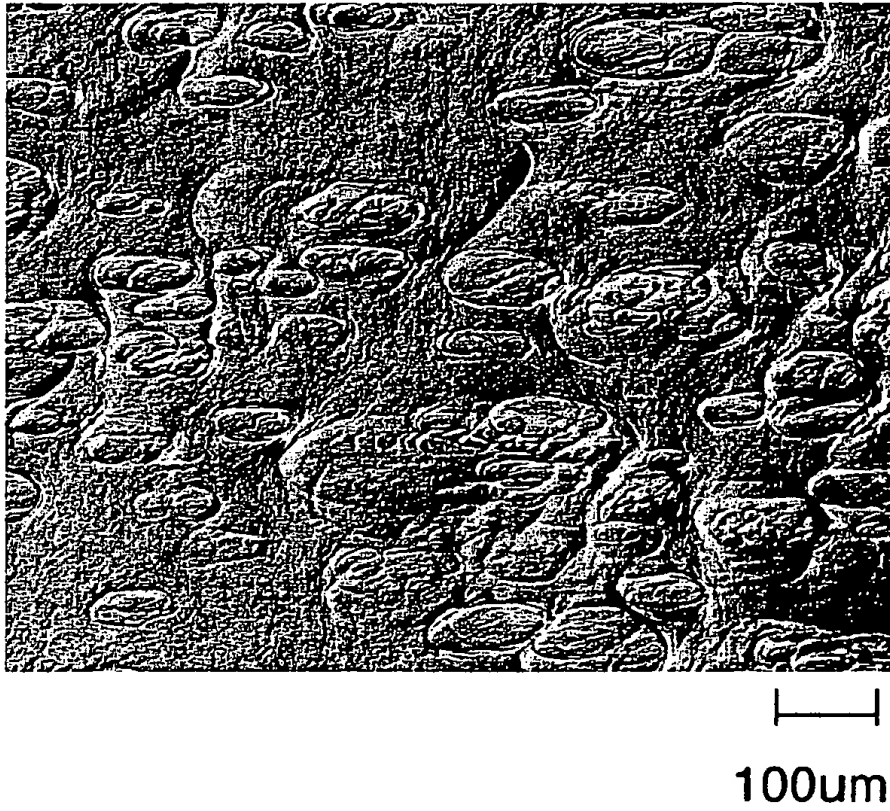


Fig. 4

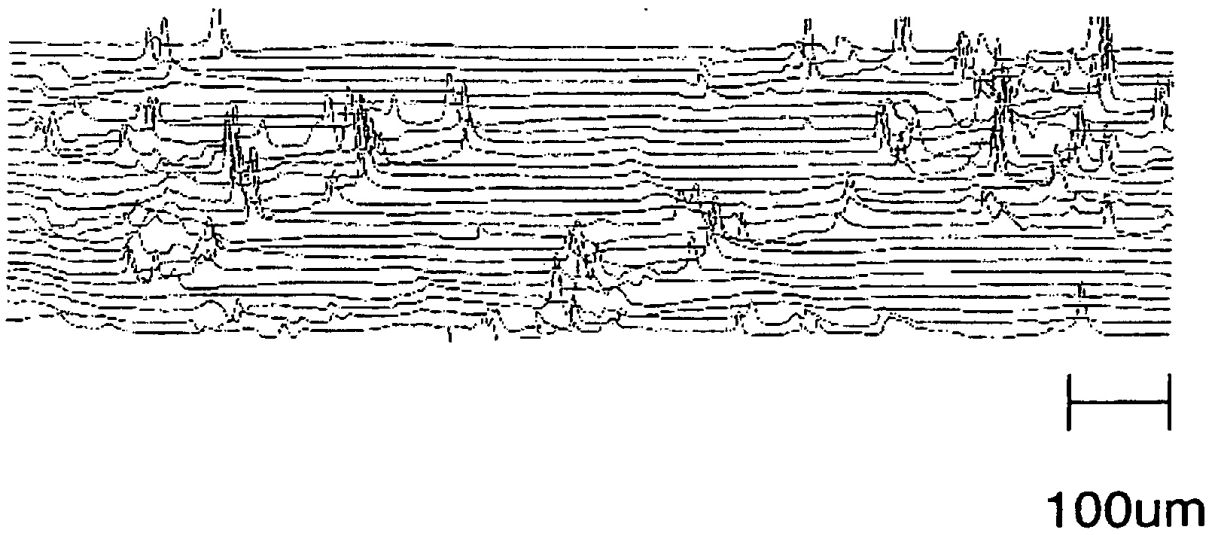


Fig. 5

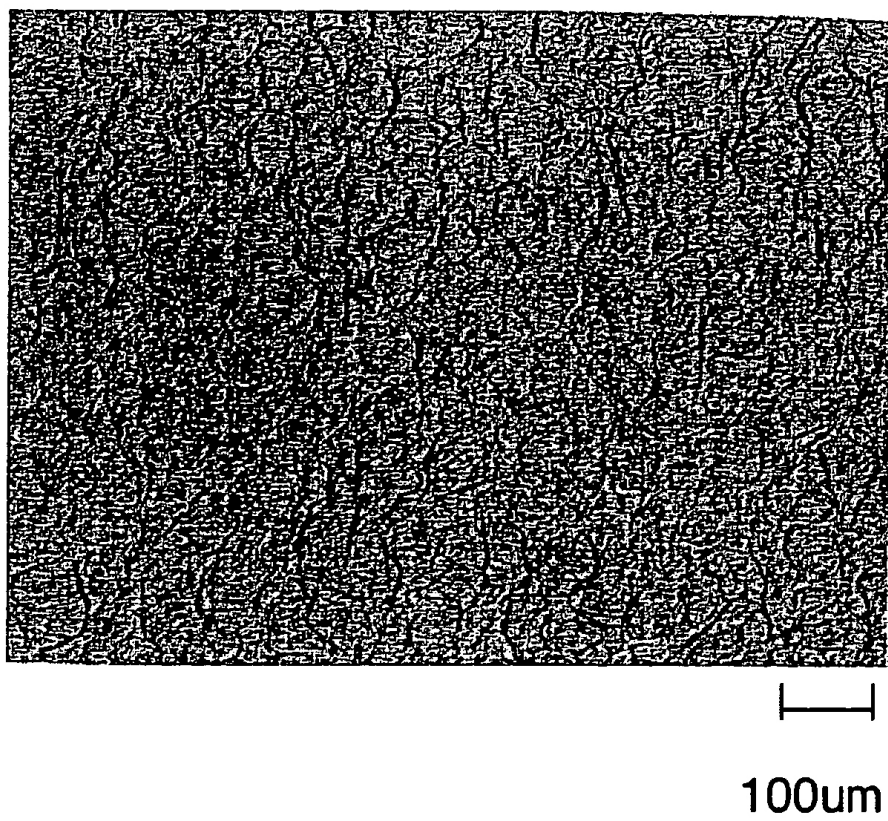


Fig. 6

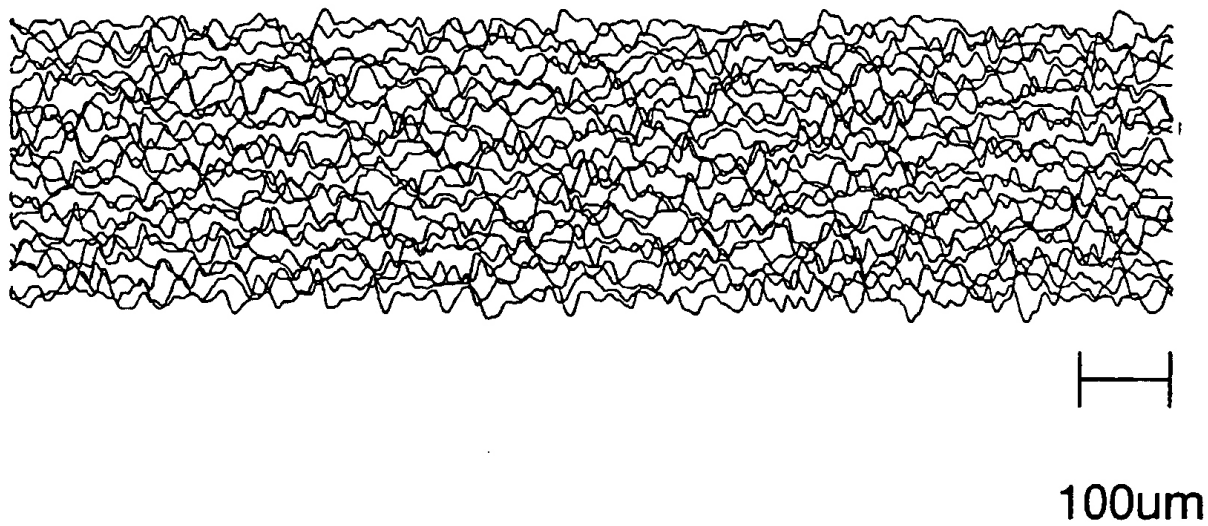


Fig. 7

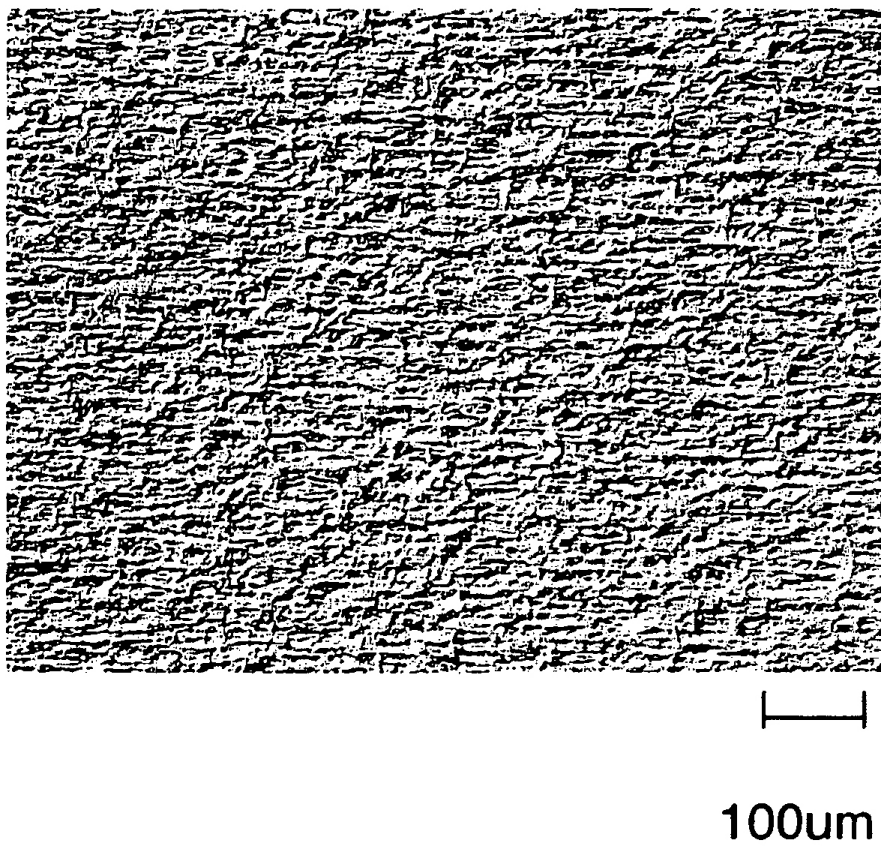


Fig. 8

