



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 635 260

61 Int. Cl.:

C08F 255/02 (2006.01) C09D 123/04 (2006.01) C08F 226/06 (2006.01) H01L 31/00 (2006.01) C09D 4/06 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 19.12.2014 E 14199289 (1)
 Fecha y número de publicación de la concesión europea: 21.06.2017 EP 3034528

(54) Título: Sistemas correticulantes para láminas de encapsulado que comprenden compuestos de urea

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 03.10.2017

(73) Titular/es:

EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%) Rellinghauser Strasse 1-11 45128 Essen, DE

(72) Inventor/es:

ULBRICHT, DANIEL; HEIN, MARCEL; KLEFF, FRANK; SCHAUHOFF, STEPHANIE y OHLEMACHER, JÜRGEN

(74) Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

DESCRIPCIÓN

Sistemas correticulantes para láminas de encapsulado que comprenden compuestos de urea

Se describe una primera composición (A) que comprende (i) al menos un compuesto (I) seleccionado a partir del grupo constituido por isocianurato de trialilo, cianurato de trialilo, siendo el compuesto (I) preferentemente isocianurato de trialilo; y (ii) al menos un compuesto de urea. La presente invención se refiere a una segunda composición (B) que comprende la primera composición (A) y al menos un copolímero de poliolefina. La presente invención se refiere finalmente al empleo de la composición (B) para la producción de una lámina para el encapsulado de un dispositivo electrónico, en especial una pila solar.

Antecedentes de la invención

5

25

45

Los módulos fotovoltaicos (fotovoltaica = "PV") están constituidos habitualmente por una capa de pilas de silicio dispuestas simétricamente, que se sueldan en dos capas de una lámina protectora. Esta lámina protectora está estabilizada en sí misma a su vez por medio de una "cubierta" en su lado posterior y una "hoja frontal" en su lado delantero. "Cubierta" y "hoja frontal" pueden ser tanto láminas de material sintético apropiadas, como también estar constituidas por vidrio. La función del material de encapsulado consiste esencialmente en proteger el módulo PV ante influencias atmosféricas y carga mecánica, por lo cual la estabilidad mecánica del respectivo material de encapsulado representa una propiedad importante. Además, los buenos materiales de encapsulado presentan una alta velocidad de endurecimiento, un contenido en gel elevado, una alta transmisión, una baja tendencia a la coloración inducida por temperatura y calor, así como una adhesión elevada (es decir, una baja tendencia a la deslaminación inducida por UV). Los materiales de encapsulado descritos en el estado de la técnica (por ejemplo el documento WO 2008/036708 A2) se basan típicamente en materiales, como resinas de silicona, resinas de polivinilbutiral, ionómeros, láminas de poliolefina o copolímeros de etileno-acetato de vinilo ("EVA").

Los procedimientos para la producción de tales láminas de encapsulado son de uso común para el especialista (EP 1 164 167 A1). En este procedimiento, los reticulantes se mezclan de manera homogénea junto con un copolímero de poliolefina (y eventualmente otros aditivos), por ejemplo en una extrusora, y después se extrusionan para dar una lámina. El procedimiento descrito en el documento EP 1 164 167 A1 se refiere a láminas de encapsulado a base de EVA, pero también es aplicable a láminas constituidas por otros materiales, por ejemplo los citados anteriormente. El documento EP 0 227 470 da a conocer una película transparente, que contiene principalmente copolímero de etileno-acetato de vinilo reticulado con isocianurato de trialilo.

El encapsulado de láminas de silicio se efectúa típicamente en un horno de laminación en vacío (EP 2 457 728 A1).

A tal efecto, la estructura laminar del módulo PV se prepara y se calienta lentamente en primer lugar en un horno de laminación (constituido por dos cámaras separadas por una membrana). De este modo se evapora el copolímero de poliolefina (por ejemplo EVA). Simultáneamente se evacua el horno, para eliminar el aire entre las capas. Este paso es el más crítico, y dura entre 4 y 6 minutos. A continuación se interrumpe el vacío a través de la segunda cámara y las capas del módulo se sueldan entre sí a través de aplicación de una presión. Simultáneamente se continúa calentando hasta la temperatura de reticulación, teniendo lugar en este último paso la reticulación de la lámina. Precisamente se emplea EVA de manera estandar en la producción de láminas de encapsulado para módulos solares. Sin embargo, también éste presenta una menor resistencia de paso específica eléctrica p que, por ejemplo, láminas de poliolefina. Esto hace poco atractivo el empleo de láminas de EVA como material de encapsulado, ya que se desean precisamente materiales de encapsulado con alta resistencia de paso específica eléctrica p.

Esto es, en el caso de módulos PV, el denominado efecto "PID" (PID = "potential induced degradation") representa actualmente un gran problema de calidad. Bajo el concepto PID se entiende una degradación de rendimiento debido a la tensión, ocasionado por las denominadas "corrientes residuales" dentro del módulo PV.

La causa de las corrientes residuales nocivas es, además de la estructura de la pila solar, la fluctuación de voltaje de los diferentes módulos PV frente al potencial de tierra – en la mayor parte de sistemas PV sin toma de tierra, los módulos PV están expuestos a una tensión positiva o negativa. En la mayor parte de los casos, PID se presenta en el caso de una tensión negativa frente al potencial de tierra, y se acelera debido a tensiones de sistema elevada, altas temperaturas y humedad del aire elevada. En consecuencia, los iones sodio migran del vidrio cubriente del módulo PV a la interfase de la pila solar y ocasionan daños en la misma ("derivación"), que pueden conducir a pérdidas de rendimiento e incluso a la pérdida total del módulo PV.

El riesgo de aparición de un efecto PID se puede reducir claramente mediante el aumento de la resistencia de paso específica eléctrica p de las láminas de encapsulado.

La resistencia de paso específica eléctrica p o también resistividad ("volume resistivity", a continuación abreviada también como "VR") es una constante material dependiente de la temperatura. Ésta se utiliza para el cálculo de la resistencia eléctrica de un conductor homogéneo eléctrico. La resistencia de paso específica eléctrica se determina según la invención por medio de ASTM-D257.

Cuanto más elevada es resistencia de paso específica eléctrica p de un material, tanto más reducida es la propensión de módulos fotovoltaicos al efecto PID. Por lo tanto, un efecto positivo esencial en el caso de aumento de la resistencia de paso específica eléctrica p de láminas de encapsulado es el aumento del período de vida y de la eficiencia de módulos PV. En el estado de la técnica se discute el problema del efecto PID en relación con láminas de encapsulado para módulos PV en el documento CN 103525321 A. Este documento describe una lámina basada en EVA para el encapsulado de pilas solares, que contiene como correticulante isocianurato de trialilo ("TAIC") y trimetacrilato de trimetilolpropano ("TMPTMA"), así como a modo de aditivos ulteriores preferentemente un ionómero de poliolefina y un polisiloxano para la hidrofobización. Esta lámina presenta un efecto PID reducido. Sin embargo, en ésta es desfavorable que los ionómeros de poliolefina son relativamente caros. Además, los polisiloxanos ejercen un efecto negativo sobre las propiedades de adherencia. Además, en los ejemplos no se dan datos específicos sobre las concentraciones con las que se pueden obtener mejoras.

Describe una combinación de reticulantes de TAIC y TMPTMA también el documento JP 2007-281135 A. El TMPTMA ocasiona en este caso una aceleración de la reacción de reticulación, y conduce con ello a una productividad elevada.

El documento JP 2012-067174 A y el documento JP 2012-087260 A describen una lámina de encapsulado para pilas solares basada en EVA, o bien una poliolefina, que presenta, además de TAIC, por ejemplo, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de neopentilglicol, dimetacrilato de 1,6-hexanodiol como reticulante. Estos correticulantes retardan en cierta medida la reacción de reticulación al comienzo, y de este modo aumentan el período de elaboración.

El documento JP 2009-135200 A describe igualmente reticulantes que comprenden TAIC y diversos derivados de (met)acrilato de alcoholes polifuncionales, describiéndose en este caso una resistencia térmica mejorada, unida a una menor tendencia a la deslaminación del encapsulado basado en EVA.

El documento JP 2007-281135 A y el documento JP 2007-305634 A describen combinaciones de reticulación constituidas por TAIC y triacrilato de trimetilolpropano ("TMPTA") para empleo en la producción de láminas de encapsulado de EVA de varias capas co-extrusionadas para pilas solares.

30 Describen combinaciones similares de reticulantes para láminas de encapsulado de pilas solares, por ejemplo, los documentos JP 2013-138094 A, JPH11-20094, JPH11-20095, JPH11-20096, JPH11-20097, JPH11-20098, JPH11-21541, CN 102391568 A, CN 102504715 A, CN 102863918 A, CN 102911612 A, CN 103045105 A, CN 103755876 A, CN 103804774 A, US 2011/0160383 A1, WO 2014/129573 A1.

Por consiguiente, existe una demanda respecto a sistemas correticulantes nuevos, en especial para la producción de láminas de encapsulado para pilas solares que, en comparación con láminas que están reticuladas según el estado de la técnica, conducen a una resistencia de paso eléctrica claramente elevada, para conducir de este modo a una reducción del riesgo de PID en el caso de empleo en módulos fotovoltaicos.

Por lo tanto, era tarea de la presente invención poner a disposición nuevas composiciones que se pudieran emplear para la producción de láminas con resistencia de paso específica eléctrica p lo más elevada posible, y que fueran apropiadas especialmente, por consiguiente, para el encapsulado de dispositivos electrónicos, como por ejemplo pilas solares. Estas composiciones debían ser empleables además en los procesos establecidos y no aumentar considerablemente los costes de las láminas. En especial no debían presentar los inconvenientes que se observan en sistemas correticulantes del estado de la técnica, y en este caso especialmente en aquellas composiciones citadas en el documento CN 103525321 A.

Sorprendentemente, ahora se descubrió que, con ayuda de determinadas composiciones, se puede obtener una lámina de encapsulado para pilas solares que cumple estos requisitos. Las composiciones encontradas en este caso aumentan la resistencia volumétrica considerablemente en el caso de cantidades de empleo reducidas en comparación, sin influir negativamente en otras propiedades de la lámina. Las láminas tienen una excelente elaborabilidad, una transparencia elevada y excelentes propiedades en UV y de envejecimiento térmico.

50 Descripción detallada de la invención

40

Los sistemas correticulantes descritos se pueden emplear sorprendentemente para la producción de láminas para el encapsulado de dispositivos electrónicos, como por ejemplo pilas solares con una resistencia de paso específica elevada.

Por consiguiente, el sistema correticulante descrito es una composición (A) que comprende (i) al menos un compuesto (I) seleccionado a partir del grupo constituido por isocianurato de trialilo, cianurato de trialilo, siendo especialmente preferente isocianurato de trialilo como compuesto (I); y (ii) al menos un compuesto (II);

definiéndose el compuesto (II) generalmente mediante una fórmula estructural química seleccionada a partir del grupo constituido por (II-A), (II-B), (II-C), (II-D) con

(II-A):
$$A^{1} \cap A^{2} \cap A^{2} \cap A^{3} \cap A^{4} \cap A^{5} \cap A^{5} \cap A^{6} \cap A^{5} \cap A^{6} \cap A^{6$$

10 y siendo

25

30

5

n = 0 o 1:

seleccionándose A¹, A², A³, A⁴, A⁵, A⁶, A⁷, A⁸, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por grupo metacrilo, grupo acrilo, grupo alquenilo ramificado o no ramificado con 3 a 18 átomos de carbono, que presenta el menos un doble enlace terminal;

seleccionándose R¹, R², R³, R⁴, R⁵, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por hidrógeno, grupo alquilo no ramificado o ramificado con 1 a 20 átomos de carbono, en el que uno o varios restos hidrógeno pueden estar substituidos respectivamente por un resto halógeno, y en el que además uno o dos restos hidrógeno pueden estar substituidos en cada caso por un resto seleccionado a partir del grupo constituido por -OR⁶, -C(=O)NR⁷R⁸, seleccionándose R⁶, R⁷, R⁸, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por hidrógeno, grupo alquilo ramificado o no ramificado con 1 a 10 átomos de carbono,

grupo cicloalquilo con 3 a 12 átomos de carbono, en el que uno o varios restos hidrógeno pueden estar substituidos respectivamente por un resto halógeno, y en el que además uno o dos restos hidrógeno pueden estar substituidos respectivamente por un resto seleccionado a partir del grupo constituido por -OR⁹, -C(=O)NR¹⁰R¹¹, seleccionándose R⁹, R¹⁰, R¹¹, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por hidrógeno, grupo alquilo ramificado o no ramificado con 1 a 10 átomos de carbono,

y seleccionándose los restos R¹ y R² respectivamente también a partir del grupo constituido por grupo metacrilo, grupo acrilo, grupo alquenilo ramificado o no ramificado con 3 a 18 átomos de carbono, que presenta al menos un doble enlace terminal;

y presentándose al menos uno compuesto (II) contenido en la composición (A) en una proporción de al menos un 1 % en peso, referido al peso total de todos los compuestos (I) contenidos en la composición (A).

En una forma de realización preferente, al menos un compuesto (II) contenido en la composición (A) se presenta en una fracción de al menos un 1 % en peso a un 10 % en peso, preferentemente un 2 % en peso a un 6 % en peso, preferentemente un 3 % en peso a un 5 % en peso, en el más preferente de los casos un 4 % en peso, referido al peso total de todos los compuestos (I) contenidos en la composición (A).

35 En una forma de realización preferente, en la composición (A) n es = 0 o 1;

A¹, A², A³, A⁴, A⁵, A⁶, A⁷, A⁸ se seleccionan, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por grupo metacrilo, grupo acrilo, grupo alilo;

R¹, R², R³, R⁴, R⁵ se seleccionan, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por hidrógeno, grupo alquilo no ramificado o ramificado con 1 a 20 átomos de carbono,

40 y los restos R¹ y R² se pueden seleccionar respectivamente también a partir del grupo constituido por grupo metacrilo, grupo acrilo, grupo alilo.

En una forma de realización más preferente, en la composición (A) el compuesto (II) se define mediante una fórmula estructural química seleccionada a partir del grupo constituido por (II-A), (II-B), de modo aún más preferente (II-A); y A¹, A², A³, A⁴ se seleccionan, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por grupo metacrilo, grupo acrilo, grupo alilo;

5 y R¹, R², R³, R⁴ se seleccionan, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por hidrógeno, grupo alquilo no ramificado o ramificado con 1 a 20 átomos de carbono;

y además los restos R¹ y R² también se pueden seleccionar en cada caso a partir del grupo constituido por grupo metacrilo, grupo acrilo, grupo alilo.

En el más preferente de los casos, en la composición (A) el compuesto (II) se selecciona a partir de 1,3-dialilurea, trialilurea, dialilimidazolidintriona, isocianurato de dialilo, N-propil-isocianurato de dialilo.

10

15

20

25

30

45

50

Un compuesto de la estructura química (II) se denomina también "compuesto de urea" en el sentido de la invención.

La expresión "al menos un compuesto (II) contenido en la composición (A) se presenta en una proporción de al menos un 1 % en peso, referido al peso total de todos los compuestos (I) contenidos en la composición (A)" significa que en la composición (A) al menos un compuesto, que corresponde a una de las fórmulas generales (II-A), (II-B), (II-C), (II-D), se presenta en una cantidad de al menos un 1 % en peso, referido al peso total de todos los compuestos (I) contenidos en la composición (A).

A modo de ejemplo, esto significa que, en la forma de realización según la invención, en la que la composición (A) comprende como compuesto (I) isocianurato de trialilo y como compuesto (II) 1,3-dialilurea (número CAS: 1801-72-5), la 1,3-dialilurea se presenta en una proporción de al menos un 1 % en peso, referido al peso de isocianurato de trialilo. En una forma de realización aún más preferente, la proporción de 1,3-dialilurea, referida al peso de isocianurato de trialilo, asciende entonces a un 3 hasta un 5 % en peso, de modo especialmente preferente a un 4,14 % en peso. 1,3-dialilurea es un compuesto de la fórmula (II-A), en la que $A^1 = A^2 = alilo y R^1 = R^2 = H$.

A modo de ejemplo, esto significa también que, en la forma de realización según la invención, en la que la composición (A) comprende como compuesto (I) isocianurato de trialilo y como compuesto (II) trialilurea, la trialilurea se presenta en una fracción de al menos un 1 % en peso, referido al peso de isocianurato de trialilo. En una forma de realización aún más preferente, la fracción de trialilurea, referida al peso de isocianurato de trialilo, asciende entonces a un 1 hasta un 3 % en peso, de modo especialmente preferente a un 2,06 % en peso. Trialilurea es un compuesto de la fórmula (II-A), en la que $A^1 = A^2 = R^1 = alilo y R^2 = H$.

A modo de ejemplo, esto significa también que, en la forma de realización según la invención, en la que la composición (A) contiene como compuesto (I) isocianurato de trialilo y como compuesto (II) dialilimidazolidintriona, la dialilimidazolidintriona se presenta en una fracción de al menos un 1 % en peso, referido al peso de isocianurato de trialilo. En una forma de realización aún más preferente, la fracción de dialilimidazolidintriona, referida al peso de isocianurato de trialilo, asciende entonces a un 1,5 hasta un 4,5 % en peso, de modo especialmente preferente un 2,0 a un 4,2 % en peso. Dialilimidazolidintriona es un compuesto de la fórmula (II-C), en la que n = 0 y A⁵ = A⁶ = alilo.

A modo de ejemplo, esto significa también que, en la forma de realización según la invención, en la que la composición (A) contiene como compuesto (I) isocianurato de trialilo y como compuesto (II) isocianurato de trialilo, el isocianurato de dialilo se presenta en una fracción de al menos un 1 % en peso, referido al peso de isocianurato de trialilo. En una forma de realización aún más preferente, la fracción de isocianurato de dialilo, referida al peso de isocianurato de trialilo, asciende entonces a un 1,0 hasta un 4,5 % en peso, de modo especialmente preferente un 1,5 a un 4,0 % en peso. Isocianurato de dialilo es un compuesto de la fórmula (II-C), en la que n = 1, R⁵ = H y A⁵ = A⁶ = alilo.

A modo de ejemplo, esto significa también que, en la forma de realización según la invención, en la que la composición (A) contiene como compuesto (I) isocianurato de trialilo y como compuesto (II) isocianurato de dialil-N-propilo, el isocianurato de dialil-N-propilo se presenta en una fracción de al menos un 1 % en peso, referido al peso de isocianurato de trialilo. En una forma de realización aún más preferente, la fracción de isocianurato de dialil-N-propilo, referida al peso de isocianurato de trialilo, asciende entonces a un 1,2 hasta un 5,0 % en peso, de modo especialmente preferente un 3,7 % en peso. Isocianurato de dialil-N-propilo es un compuesto de la fórmula (II-C), en la que n = 1, $R^5 = n$ -propilo y $A^5 = A^6 = a$ lilo.

A modo de ejemplo, esto significa también que, en la forma de realización según la invención, en la que la composición (A) comprende como compuesto (I) isocianurato de trialilo y dos compuestos (II), esto es, 1,3-dialilurea (número CAS: 1801-72-5) y trialilurea, al menos uno de los compuestos 1,3-dialilurea y trialilurea se presenta en una

proporción de al menos un 1 % en peso, referido al peso de isocianurato de trialilo. Naturalmente, esto también incluye el caso en el que tanto 1,3-dialilurea se presenta en una proporción de al menos un 1 % en peso, como también trialilurea se presenta en una proporción de al menos un 1 % en peso, referido respectivamente al peso de isocianurato de trialilo.

5 Los grupos "grupo metacrilo", "grupo acrilo", "grupo alilo" y "grupo metalilo" tienen respectivamente la siguiente estructura química:

Grupo metacrilo Grupo acrilo Grupo metalilo Grupo alilo

En el sentido de la invención, un "grupo alquenilo ramificado o no ramificado, que presenta al menos un doble enlace terminal" es un grupo hidrocarburo monovalente ramificado o no ramificado, que presenta al menos un doble enlace terminal.

Un "grupo alquenilo ramificado o no ramificado con 3 a 18 átomos de carbono, que presenta al menos un doble enlace terminal" en el sentido de la invención presenta preferentemente una estructura química

25

30

35

siendo R' un grupo alquileno no ramificado o ramificado con x átomos de carbono, y R", independientemente entre sí, hidrógeno o un grupo alquilo no ramificado o ramificado con y átomos de carbono, siendo x e y números enteros;

y situándose x para R" = H en el intervalo de 1 a 16 (si x = 1, en el caso de R' se trata de metileno); y situándose x, para el caso de que R" = grupo alquilo no ramificado o ramificado, en el intervalo de 1 a 15, y situándose y entonces en el intervalo de 1 a (16-x), no debiendo sobrepasar entonces la suma de x + y el valor 16.

20 En especial, R" es = H o metilo, y R' es un grupo alquileno no ramificado con 1 a 15 átomos de carbono. R" es preferentemente = H o metilo, y R' es un grupo alquileno no ramificado con 1 a 10 átomos de carbono. De modo más preferente, R' = metileno y R" = H o metilo.

Un "grupo alquileno" en el sentido de la invención es un resto hidrocarburo divalente saturado.

Para garantizar la homogeneidad de la lámina y la eficacia de la lámina es esencial que al menos uno de los compuestos (II) contenido en la composición (A) se presente en una fracción de al menos un 1 % en peso, referido al peso total de todos los compuestos (I) contenidos en la composición (A). Esto garantiza que la resistencia específica de las láminas obtenibles con los mismos alcance precisamente los valores necesarios para aplicaciones a escala industrial, y se obtenga una mejora suficiente frente a los sistemas reticulantes del estado de la técnica. Composiciones en las que ni un solo compuesto (II) se presenta en tal cantidad suficiente no contribuyen en medida suficiente al aumento de la resistencia específica.

En lo que se refiere a la fracción de todos los compuestos de la estructura química (II) en la composición (A), ésta se limita solo a través de la prescripción descrita respecto a la proporción de al menos un compuesto (II) contenido en la composición (A). Preferentemente, el peso total de todos los compuestos de la estructura química (II) contenidos en la composición (A), referido al peso total de todos los compuestos (I) contenidos en la composición (A), se sitúa en la composición (A) en al menos un 1 % en peso, en especial en el intervalo de un 1 % en peso a un 50,0 % en peso, preferentemente un 2 % en peso a un 20,0 % en peso, de modo más preferente un 3 % en peso a un 10,0 % en peso.

Los presentes sistemas correticulantes se emplean preferentemente para la producción de láminas para el encapsulado de dispositivos electrónicos, por ejemplo pilas solares en módulos PV.

40 En este caso, los sistemas correticulantes se emplean típicamente junto con copolímeros de poliolefina.

Por consiguiente, la presente invención se refiere a una composición (B) que comprende al menos un copolímero de poliolefina y la composición (A) descrita.

Copolímeros de poliolefina empleables según la invención son conocidos por el especialista, y se describen, a modo de ejemplo, en el documento WO 2008/036708 A2 y el documento JP 2012-087260.

Según la invención, como copolímeros de poliolefina se emplean interpolímeros de etileno/α-olefina, significando el concepto "interpolímero" que el copolímero de poliolefina en cuestión se produjo a partir de al menos dos monómeros diferentes. Por consiguiente, el concepto "interpolímero" incluye en especial copolímeros de poliolefina constituidos por exáctamente dos unidades de monómero, pero también terpolímeros (por ejemplo etileno/propileno/1-octeno, etileno/propileno/buteno, etileno/buteno/1-octeno, etileno/buteno/estireno) y tetrapolímeros.

Como copolímeros de poliolefina, según la invención entran en consideración en especial copolímeros de etileno/αolefina, que preferentemente, además de etileno y la α-olefina, no presentan otras unidades de monomero,
seleccionándose la "α-olefina" en el sentido de la invención preferentemente a partir del grupo constituido por
propeno, 1-buteno, 4-metil-1-penteno, 1-hexano, 1-octeno, 1-deceno, 1-dedeceno, 1-tetradeceno, 1-hexadeceno, 1octadeceno, 3-ciclohexil-1-propeno, vinilciclohexano, ácido acrílico, ácido metacrílico, norborneno, estireno,
metilestireno, acetato de vinilo.

15

35

40

45

50

De modo aún más preferente, el copolímero de poliolefina según la invención en la composición (B) es un copolímero de etileno-acetato de vinilo.

Si como copolímeros de poliolefina se emplean interpolímeros de etileno/α-olefina, éstos presentan en especial un contenido en α-olefina en el intervalo de un 15 a un 50 % en peso, referido al peso total del interpolímero de etileno/α-olefina. Preferentemente, el contenido en α-olefina se sitúa entonces en el intervalo de un 20 a un 45 % en peso, preferentemente en el intervalo de un 25 a un 40 % en peso, de modo aún más preferente de un 26 a un 34 % en peso, en el más preferente de los casos de un 28 a un 33 % en peso, referido respectivamente al peso total del interpolímero de etileno/α-olefina.

En la forma de realización preferente, en la que en el caso del copolímero de poliolefina se trata de un copolímero de etileno-acetato de vinilo, el copolímero de etileno-acetato de vinilo presenta en especial un contenido en acetato de vinilo en el intervalo de un 15 a un 50 % en peso, referido al peso total del copolímero de etileno-acetato de vinilo. Preferentemente, el contenido en acetato de vinilo se sitúa entonces en el intervalo de un 20 a un 45 % en peso, preferentemente en el intervalo de un 25 a un 40 % en peso, de modo aún más preferente un 26 a un 34 % en peso, en el más preferente de los casos de un 28 a un 33 % en peso, referido respectivamente al peso total del copolímero de etileno-acetato de vinilo.

El contenido en α -olefina, en especial en el caso del copolímero de etileno/acetato de vinilo el contenido en acetato de vinilo, se determina en este caso con el procedimiento descrito en la norma ASTM D 5594:1998 ["Bestimmung des Vinylacetatgehalts von Ethylenvinylacetat(EVA)-Copolymeren mit Hilfe der Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie"].

La proporción de la composición (A) contenida en la composición (B) no está limitada especialmente en este caso. La fracción de la composición (A) en la composición (B) se sitúa en especial en el intervalo de un 0,05 a un 10 % en peso, preferentemente en el intervalo de un 0,1 a un 5 % en peso, de modo más preferente en el intervalo de un 0,2 a un 3 % en peso, de modo aún más preferente en un 0,5 % en peso, referido respectivamente a la masa de todos los copolímeros de poliolefina contenidos en la composición (B).

Según la invención, la composición (B) es apropiada para la producción de una lámina de encapsulado para dispositivos electrónicos, por ejemplo pilas solares. A tal efecto, ésta se somete a una reacción de reticulación en la laminación del módulo solar.

Para la iniciación de la reacción de reticulación es habitual emplear iniciadores, es decir, generadores de radicales activables mediante calor, luz, humedad o radiación electrónica.

Por lo tanto, en una forma preferente de realización de la presente invención, la composición (B) comprende también un iniciador seleccionado a partir del grupo constituido por compuestos peroxídicos, compuestos azoicos, fotoiniciadores. El iniciador se selecciona de modo más preferente a partir del grupo constituido por compuestos peroxídicos, compuestos azoicos, de modo aún más preferente un compuesto peroxídico. Se describen ejemplos a tal efecto en la "Encyclopedia of Chemical Technology 1992, 3ª edición, vol. 17, páginas 27 - 90".

Compuestos peroxídicos son especialmente peróxidos orgánicos, que se seleccionan a su vez partir del grupo constituido por peróxidos de dialquilo, diperoxicetales, peroxicarboxilatos, peroxicarbonatos, preferentemente peroxicarbonatos.

Los peróxidos de dialquilo se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por peróxido de dicumilo, peróxido de di-terc-butilo, peróxido de di-terc-butilo, peróxido de terc-butilo, peróxido de terc-butilo, peróxido de terc-butilo, peróxido de terc-hexilcumilo, 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butilperoxi)-hexano, 2,5-dimetil-2,5-di-(terc-amilperoxi)-hexano, 2,5-dimetil-2,5-di-(terc-butilperoxi)-hex-3-ino, α,α-di[(terc-butilperoxi)-iso-propil]-benceno, peróxido de di-terc-amilo, 1,3,5-tri-[(terc-butilperoxi)-iso-propil]-benceno, 1,3-dimetil-3-(terc-amilperoxi)-butanol, hidroperóxido de *iso*-propilcumilo.

5

20

30

35

50

- Los diperoxicetales se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por 1,1-di(terc-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, 1,1-di(terc-amilperoxi)-cyclohexano, 1,1-di(terc-butilperoxi)-cyclohexano, n-butil-4,4-di(terc-amilperoxi)-valerato, etil-3,3-di(terc-butilperoxi)-butirato, 2,2-di(terc-butilperoxi)butano, 3,6,6,9,9-pentametil-3-etoxicarbonilmetil-1,2,4,5-tetraoxaciclononano, 2,2-di(terc-amilperoxi)-propano, n-butil-4,4-bis(terc-butilperoxi)-valerato.
- Los peroxicarboxilatos se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por peroxiacetato de *terc*-amilo, 3,5,5-trimetilhexanoato de *terc*-butilo, peroxibenzoato de *terc*-amilo, peroxiacetato de *terc*-butilo, peroxibenzoato de *terc*-butilo, monoperoxisuccinato de *OO-terc*-butilo, monoperoxisuccinato de *OO-terc*-amilo.
 - Los peroxicarbonatos se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por carbonato de *terc*-butilperoxi-2-etilhexilo, carbonato de *terc*-butilperoxi-*iso*-propilo, carbonato de *terc*-amilperoxi-2-etilhexilo, peroxibenzoato de *terc*-amilo. Un peroxicarbonato preferente es carbonato de *terc*-butilperoxi-2-etilhexilo (a continuación abreviado también como "TBPEHC").
 - El compuesto azoico se selecciona preferentemente a partir del grupo constituido por 2,2'-azobis-(2-acetoxipropano), 1,1'-azodi(hexahidrobenzonitrilo).
- De modo especialmente preferente, el iniciador se selecciona a partir del grupo constituido por 2,5-dimetil-2,5-di(*terc*-butilperoxi)-hexano, carbonato de *terc*-butilperoxi-2-etilhexilo, hexanoato de *terc*-butilperoxi-3,5,5-trimetilo, 1,1-di(*terc*-butilperoxi)-3,5,5-trimetilciclohexano, peroxi-2-etilhexilcarbonato de *terc*-amil; en el más preferente de los casos el iniciador es peroxi-2-etilhexilcarbonato de *terc*-butilo.
 - La masa de compuesto peroxídico o de azocompuesto, preferentemente de compuesto peroxídico, que se emplea respecto a la masa de copolímero de poliolefina, no está limitada especialmente. El compuesto peroxídico o el compuesto azoico, preferentemente el compuesto peroxídico, se emplea en especial en una cantidad de un 0,05 a un 10 % en peso, preferentemente un 0,1 a un 5 % en peso, de modo más preferente un 0,5 a un 2 % en peso, referido respectivamente a la masa de todos los copolímeros de poliolefina contenidos en la composición (B).
 - Los fotoiniciadores se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por benzofenona, benzantrona, benzoína, alquiléter de benzoína, 2,2-dietoxiacetofenona, 2,2-dimetoxi-2-fenilacetofenona, *p*-fenoxidicloroacetofenona, 2-hidroxiciclohexilfenona, 2-hidroxiisopropilfenona, 1-fenilpropanodion-2-(etoxicarbonil)-oxima
 - El fotoiniciador se emplea en especial en una cantidad de un 0,05 a un 10 % en peso, preferentemente un 0,1 a un 5 % en peso, de modo más preferente un 0,2 a un 3 % en peso, de modo aún más preferente un 0,25 a un 1 % en peso, referido respectivamente a la masa de todos los copolímeros de poliolefina contenidos en la composición (B).
- 40 En otra forma preferente de realización de la presente invención, la composición (B) comprende también otro compuesto seleccionado a partir del grupo constituido por reticulantes, agentes de copulación de silano, antioxidantes, agentes antienvejecimiento, óxidos metálicos, hidróxidos metálicos, pigmentos blancos; siendo preferentes agentes de copulación de silano como compuesto ulterior.
- En este caso, en el sentido de la invención, el concepto "compuesto ulterior" implica que, en el caso de este compuesto, no se trata de isocianurato de trialilo, cianurato de trialilo, o de un compuesto de la estructura química (II).
 - En este caso, los reticulantes se seleccionan preferentemente a partir del grupo constituido por triacrilato de trimetilolpropano, trimetacrilato de trimetilolpropano, divinilbenceno, acrilatos y metacrilatos de alcoholes polihídricos. Los acrilatos y metacrilatos de alcoholes polihídricos se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por di(met)acrilato de etilenglicol, di(met)acrilato de dietilenglicol, di(met)acrilato de

neopentilglicol, di(met)acrilato de 1,6-hexanodiol, di(met)acrilato de 1,9-nonanodiol, di(met)acrilato de 1,10-denanodiol.

En este caso, la proporción de reticulante contenido en la composición (B) no está limitada especialmente. La proporción de reticulante en la composición (B) se sitúa en especial en un 0,005 a un 5 % en peso, preferentemente un 0,01 a un 3 % en peso, preferentemente un 0,05 a un 3 % en peso, de modo aún más preferente un 0,1 a un 1,5 % en peso, referido respectivamente a la masa de todos los copolímeros de poliolefina contenidos en la composición (B).

Como agentes de copulación empleables en la composición (B) según la invención entran en consideración todos los silanos que presentan un resto hidrocarburo insaturado y un resto hidrolizable (descritos, por ejemplo, en los documentos EP 2 436 701 B1, US 5,266,627).

Los restos hidrocarburo insaturados se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por vinilo, alilo, isopropenilo, butenilo, ciclohexenilo, γ-(met)acriloxialilo.

Los restos hidrolizables se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por hidrocarbiloxi, hidrocarbiloxi, hidrocarbilamino. El resto hidrolizable se selecciona preferentemente a partir del grupo constituido por metoxi, etoxi, formiloxi, acetoxi, propioniloxi, alquilamino, arilamino.

El agente de copulación de silano se selecciona preferentemente a partir del grupo constituido por:

viniltrietoxisilano, viniltris-(β-metoxietoxi)silano, viniltriacetoxisilano,

y-acriloxipropiltrimetoxisilan y-metacriloxipropiltrimetoxisilano,

N-(β -aminoetil)- γ -aminopropiltrimetoxisilano,

5

10

15

25

35

20 N-(β-aminoetil)-γ-aminopropilmetildimetoxisilano, γ-aminopropiltrietoxisilano,

y-glicidoxipropiltrimetoxisilano, y-mercaptopropiltrietoxisilano, y-cloropropiltrimetoxisilano,

 β -(3,4-etoxiciclohexil)-etiltrimetoxisilano, γ -mercaptopropiltrimetoxisilano. De modo especialmente preferente, como agente de copulación de silano se emplea γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano (abreviado como "KBM").

La proporción de agente de copulación de silano contenido en la composición (B) no está limitada especialmente en este caso. La fracción de todos los agentes de copulación de silano contenidos en la composición (B) se sitúa en especial en un 0,05 a un 5 % en peso, preferentemente un 0,1 a un 2 % en peso, referido respectivamente a la masa de todos los copolímeros de poliolefina contenidos en la composición (B).

Los antioxidantes en el sentido de la invención se seleccionan preferentemente a partir del grupo constituido por antioxidantes fenólicos, antioxidantes fosforados.

30 Los antioxidantes fenólicos se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por 4-metoxifenol, 2,6-di-*terc*-butil-4-metilfenol, *tert*-butilhidroquinona, β-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)-propionato de estearilo, tetraquis-[3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)-propionato] de pentaeritrita, 3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibenzoato de hexadecilo.

Los antioxidantes fosforados se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por trifenilfosfito, tris-(nonilfenil)-fosfito, tris-(nonilfenil)-fosfito, tris-(nonilfenil)-fosfito, diestearilpentaeritritoldifosfito, tetra-(tridecil)-1,1,3-tris-(2-metil-5-terc-butil-4-hidroxifenil)-butano-difosfato, tetraquis-(2,4-di-terc-butilfenil)-4,4-bifenildifosfonito.

En este caso, la proporción de antioxidantes contenidos en la composición (B) no está limitada especialmente. La proporción de todos los antioxidantes contenidos en la composición (B) se sitúa en especial en un 0,01 a un 0,5 % en peso, preferentemente un 0,05 a un 0,3 % en peso, referido respectivamente a la masa de todos los copolímeros de poliolefina contenidos en la composición (B).

40 En el sentido de la invención, los agentes antienvejecimiento se seleccionan en especial a partir del grupo de "hindered amine light stabilizers" estabilizadores (= "HALS") y de filtros UV. En el sentido de la invención,

estabilizadores HALS son en especial compuestos que presentan al menos un resto 2,2,6,6-tetrametil-4-piperidilo, portando el átomo de nitrógeno un H, un grupo alquilo o un grupo alcoxi en la posición 1 del resto piperidilo.

Los estabilizadores HALS se seleccionan preferentemente a partir del grupo constituido por sebacato de bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidilo), sebacato de 1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidilo, sebacato de bis-(1-octiloxi-2,2,6,6-tetrametil-4-piperidilo), poli-{(6-morfolino-S-triazin-2,4-diil)-[2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)-imino]} con el número CAS 82451-48-7, polímeros de número CAS 193098-40-7, copolímero de succinato de dimetilo y 1-(2-hidroxietil)-2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinol, N,N',N'',N'''-tetraquis-{4,6-bis-[butil-(N-metil-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-yl)-amino]-triazin-2-il}-4,7-diazadecan-1,10-diamina con el número CAS 106990-43-6.

5

25

- 10 En este caso, la proporción de estabilizadores HALS contenidos en la composición (B) no está limitada especialmente. La proporción de todos los estabilizadores HALS contenidos en la composición (B) se sitúa en especial en un 0,01 a un 0,5 % en peso, preferentemente un 0,05 a un 0,3 % en peso, referido respectivamente a la masa de todos los copolímeros de poliolefina contenidos en la composición (B).
- Los filtros UV se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por 2-hidroxi-4-N-octoxibenzofenona, 4-hidroxibenzoato de 2,4-di-*terc*-butilfenil-3,5-di-*terc*-butilo, 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, 2,2-dihidroxi-4-metoxibenzofenona, 2-hidroxi-4-carboxibenzofenona, 2-(2-hidroxi-3,5-di-*terc*-butilfenil)-benzotriazol, 2-(2-idroxi-5-metilfenil)-benzotriazol, salicilato de p-octil-fenilo, 2-(4,6-difenil-1,3,5-triazin-2-il)-5-[(hexil)-oxi]-fenol, acrilato de etil-2-ciano-3,3-difenilo.
- En este caso, la proporción de filtros UV contenidos en la composición (B) no está limitada especialmente. La proporción de todos los filtros UV contenidos en la composición (B) se sitúa en especial en un 0,01 a un 0,5 % en peso, preferentemente un 0,05 a un 0,3 % en peso, referido respectivamente a la masa de todos los copolímeros de poliolefina contenidos en la composición (B).
 - Según la invención, los óxidos metálicos se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por óxidos de metales alcalinos, óxidos de metales alcalinotérreos, óxido de cinc, preferentemente seleccionado a partir del grupo constituido por óxido de magnesio, óxido de cinc.

En este caso, la proporción de óxidos metálicos contenidos en la composición (B) no está limitada especialmente. La proporción de todos los óxidos metálicos contenidos en la composición (B) se sitúa en especial en un 0,01 a un 10 % en peso, preferentemente un 0,05 a un 3 % en peso, referido respectivamente a la masa de todos los copolímeros de poliolefina contenidos en la composición (B).

30 Según la invención, los hidróxidos metálicos se seleccionan en especial a partir del grupo constituido por hidróxidos metálicos alcalinos, hidróxidos metálicos alcalinotérreos, preferentemente se seleccionan a partir del grupo constituido por hidróxido de magnesio, hidróxido de calcio. En este caso, la proporción de hidróxidos metálicos contenidos en la composición (B) no está limitada especialmente. La proporción de todos los hidróxidos metálicos contenidos en la composición (B) se sitúa en especial en un 0,01 a un 10 % en peso, preferentemente un 0,05 a un 3 % en peso, referido respectivamente a la masa de todos los copolímeros de poliolefina contenidos en la composición (B).

En el sentido de la invención, los pigmentos blancos se seleccionan en especial a partir del grupo dióxido de titanio, óxido de cinc, sulfuro de cinc, sulfato de bario, litopones.

En este caso, la proporción de pigmentos blancos contenidos en la composición (B) no está limitada especialmente.

La proporción de todos los pigmentos blancos contenidos en la composición (B) se sitúa en especial en un 5 a un 25

% en peso, preferentemente un 10 a un 20 % en peso, referido respectivamente a la masa de todos los copolímeros de poliolefina contenidos en la composición (B).

En otro aspecto de la presente invención, la composición de polímero (B) se emplea para la producción de una lámina para el encapsulado de un dispositivo electrónico, en especial una pila solar.

45 En este caso, la composición (B) se produce en primer lugar mediante mezclado de la composición (A), así como los respectivos aditivos y el copolímero de poliolefina. Esto se efectúa en especial mediante adición de los aditivos en forma líquida, es decir, puros o como disolución en un disolvente, a la composición (B) en un mezclador. Después se agita o se mantiene en movimiento la mezcla hasta que el líquido se ha absorbido completamente por el granulado

polímero. Los disolventes empleados eventualmente se eliminan entonces de nuevo mediante aplicación de un vacío.

En un segundo paso, la formulación de polímero se extrusiona a través de una extrusora para dar una película. En este caso, la composición (B) se dosifica continuamente a través de una hélice de dosificación en una extrusora, en la que se funde el polímero, y los aditivos se distribuyen de manera homogénea en la matriz de polímero a través del amasado de la mezcla. Al final de la extrusora, la fusión se prensa a través de una tobera de ranura ancha. Tras la tobera la lámina se extrae a través de un mecanismo de laminación, se enfría posteriormente y se arrolla.

Alternativamente, los aditivos o la mezcla de aditivos se dosifican también directamente a través de los tubos de carga, o a través de una dosificación lateral en la extrusora de peliculado.

10 Los siguientes ejemplos deben explicar la presente invención ulteriormente sin que ésta se deba limitar a estos ejemplos.

Ejemplos

1. Productos químicos empleados

Se adquirió 1,3-dialilurea (CAS: 1801-72-5) de Sigma-Aldrich.

15 Se adquirió isocianurato de dialil-N-propilo (CAS: 5320-25-2) de ABCR GmbH.

Se adquirió dialilamina (CAS: 124-02-7) de Tokyo Chemical Industry Co.,Ltd.

Se adquirió isocianato de alilo (CAS: 1426-23-9) de Sigma-Aldrich.

Se adquirió cloruro de oxalilo (CAS: 79-37-8) de Merck KGaA.

Se adquirió isocianurato de dialilo (CAS: 6294-79-7) de ABCR GmbH.

20 En el caso del γ-metacriloxipropiltrimetoxisilano (= "KBM") empleado a continuación se trataba de "Dynasylan Memo ®" de Evonik Industries AG.

En el caso de la EVA empleada a continuación se trataba de "EVATANE 28-40" ® de Arkema con un contenido en acetato de vinilo de un 28,3 % en peso.

El carbonato de *terc*-butilperoxi-2-etilhexilo (="TBPEHC") empleado a continuación se adquirió en la firma United Initiators.

Trialilurea y dialilimidazolidintriona se obtuvieron como sigue a partir de dialilamina, o bien 1,3-dialilurea [según S. H. Üngören, I. Kani, A. Günay, Tetrahedron Letters, 53, (2012), 4758 - 4762].

1.1. Síntesis de trialilurea

Se disolvieron 1 g (10,3 mmoles) de dialilamina (CAS: 124-02-7), 1,06 g de trietilamina (10,4 mmol) en 90 ml de diclorometano. Se goteó lentamente a la disolución 1 g (12 mmoles) de isocianato de alilo (CAS:1476-23-9). A temperatura ambiente se pudo observar la conversión completa al producto después de 2 h. La purificación se efectuó mediante lavado con agua destilada.

1.2 Síntesis de dialilimidazolidintriona

Se disolvieron 4,8 g (34,2 mmoles) de dialilurea (CAS: 1801-72-5) en 90 ml de diclorometano. A esta disolución se añadieron gota a gota a temperatura ambiente 4,35 g (34,2 mmoles) de cloruro de oxalilo (CAS: 79-37-8), disueltos en 10 ml de diclorometano. La disolución de reacción se calentó durante 1,5 h a 40°C. Tras purificación con disolución de NaCl al 20 %, disolución saturada de NaHCO₃ y agua destilada se obtuvo el producto en rendimiento del 80 %.

2. Producción de las formulaciones de los ejemplos

2.1 Ejemplo comparativo V1

Se mezclaron de manera homogénea 2,5 g (10,0 mmoles) de isocianurato de trialilo con 0,5 g de KBM y 4,0 g de TBPEHC. La mezcla se distribuyó uniformemente en 493 g de EVA, y la mezcla de aditivos obtenida de este modo se entremezcló a continuación durante 2 a 4 horas en un mezclador oscilante.

5 2.2 Ejemplos 1 a 8 según la invención

Ejemplo 1

Se mezclaron de manera homogénea 2,40 g (9,63 mmoles) de TAIC junto con 0,10 g (0,71 mmoles) de 1,3-dialilurea, 0,5 g de KBM y 4,0 g de TBPEHC. La mezcla se distribuyó uniformemente sobre 493 g de EVA y la mezcla de aditivos obtenida de este modo se entremezcló a continuación durante 2 a 4 horas en un mezclador oscilante.

Ejemplo 2

Se mezclaron de manera homogénea 2,45 g (9,83 mmoles) de TAIC junto con 0,05 g (0,28 mmoles) de trialilurea, 0,5 g de KBM y 4,0 g de TBPEHC. La mezcla se distribuyó uniformemente sobre 493 g de EVA y la mezcla de aditivos obtenida de este modo se entremezcló a continuación durante 2 a 4 horas en un mezclador oscilante.

15 Ejemplo 3

10

Se mezclaron de manera homogénea 2,45 g (9,83 mmoles) de TAIC junto con 0,05 g (0,26 mmoles) de diallylimidazolidintriona, 0,5 g de KBM y 4,0 g de TBPEHC. La mezcla se distribuyó uniformemente sobre 493 g de EVA y la mezcla de aditivos obtenida de este modo se entremezcló a continuación durante 2 a 4 horas en un mezclador oscilante.

20 Ejemplo 4

Se mezclaron de manera homogénea 2,40 g (9,63 mmoles) de TAIC junto con 0,10 g (0,52 mmoles) de dialilimidazolidintriona, 0,5 g de KBM y 4,0 g de TBPEHC. La mezcla se distribuyó uniformemente sobre 493 g de EVA y la mezcla de aditivos obtenida de este modo se entremezcló a continuación durante 2 a 4 horas en un mezclador oscilante.

25 Ejemplo 5

Se mezclaron de manera homogénea 2,48 g (9,93 mmoles) de TAIC junto con 0,025 g (0,12 mmoles) de isocianurato de dialilo, 0,5 g de KBM y 4,0 g de TBPEHC. La mezcla se distribuyó uniformemente sobre 493 g de EVA y la mezcla de aditivos obtenida de este modo se entremezcló a continuación durante 2 a 4 horas en un mezclador oscilante.

30 Ejemplo 6

Se mezclaron de manera homogénea 2,47 g (9,90 mmoles) de TAIC junto con 0,030 g (0,12 mmoles) de isocianurato de dialil-N-propilo, 0,5 g de KBM y 4,0 g de TBPEHC. La mezcla se distribuyó uniformemente sobre 493 g de EVA y la mezcla de aditivos obtenida de este modo se entremezcló a continuación durante 2 a 4 horas en un mezclador oscilante.

35 Ejemplo 7

Se mezclaron de manera homogénea 2,41 g (9,68 mmoles) de TAIC junto con 0,088 g (0,35 mmoles) de isocianurato de dialil-N-propilo, 0,5 g de KBM y 4,0 g de TBPEHC. La mezcla se distribuyó uniformemente sobre 493 g de EVA y la mezcla de aditivos obtenida de este modo se entremezcló a continuación durante 2 a 4 horas en un mezclador oscilante.

40 Ejemplo 8

Se mezclaron de manera homogénea 2,38 g (9,56 mmoles) de TAIC junto con 0,118 g (0,47 mmoles) de isocianurato de dialil-N-propilo, 0,5 g de KBM y 4,0 g de TBPEHC. La mezcla se distribuyó uniformemente sobre 493

g de EVA y la mezcla de aditivos obtenida de este modo se entremezcló a continuación durante 2 a 4 horas en un mezclador oscilante.

3. Extrusión de láminas

Para la producción de las láminas de EVA se dosificó el granulado de EVA acondicionado, que se había producido como se describe en el ejemplo comparativo y en los ejemplos 1 a 8 según la invención, de manera volumétrica en una extrusora de laboratorio de doble husillo (Collin). La fusión de EVA se atomizó a través de una tobera de ranura ancha (10 cm) con grosor de ranura regulable, a continuación se enfrió la lámina posteriormente de manera continua a 20°C en un mecanismo de laminación, y seguidamente se arrolló. Los ajustes de la extrusora se indican a continuación:

Temperatura de las zonas de calefacción para la producción de láminas EVA [°C]				
T1	70			
T2	77			
Т3	77			
T4	75			
T5	80			
Tobera	80			
T(fusión)	87-90			

10

15

20

25

5

4. Laminación de hojas

La laminación de las hojas de EVA se llevó a cabo a 150°C (ajuste de máquina) entre láminas separadoras de teflón, manteniéndose constante la correspondiente temperatura durante el proceso de laminación total. La duración del paso de desgasificación de una etapa ascendía a 100 s. A continuación se prensó la muestra con una presión de apriete de 0,7 kg/cm². El tiempo de residencia en el laminador ascendía a 20 minutos.

5. Determinación de la resistencia específica p

Para la determinación de la resistencia de láminas de EVA reticuladas, de 400 a 500 µm de grosor, en primer lugar se almacenaron muestras con las dimensiones de aproximadamente 8 x 8 cm a temperatura ambiente (22,5°C) y una humedad relativa del aire de un 50 % durante un intervalo de tiempo de 7 días, para garantizar un nivel de humedad constante dentro de la película de EVA.

La medida de resistencia se llevó a cabo con un Ohmímetro de la firma Keithley (6517B) y una pila de medida correspondiente, igualmente de Keithley ("resistivity test fixture 8009"). Según la norma ASTM D-257 se alimentó la muestra con una tensión de 500 V durante 60 s, y tras este tiempo se midió la corriente. La resistencia (RV) se puede calcular entonces a partir de las magnitudes conocidas.

6. Resultados de las medidas de resistencia de los ejemplos de formulación

La siguiente tabla 1 da una sinopsis de los valores de VR medidos en el respectivo ejemplo

Tabla 1:

Ejemplo nº	TAIC en mmoles; Peso en "[]"	Aditivo de reticulación	Aditivo en mmoles; peso en "[]"	Proporción de aditivo referida a TAIC en % en moles	Proporción de aditivo referida a TAIC en % en peso	VR * 10 ¹⁵ [Ohm*cm]
V1	10,0 [2,50 g]		0	0	0	3,77
1	9,63 [2,40 g]	1,3-dialilurea	0,71 [0,10 g]	7,4	4,14	4,57
2	9,83 [2,45 g]	Trialilurea	0,28 [0,05 g]	2,8	2,06	6,91
3	9,83 [2,45 g]	Dialilimidazolidintriona	0,26 [0,050 g]	2,6	2,0	5,29
4	9,63 [2,40 g]	Dialilimidazolidintriona	0,52 [0,101]	5,4	4,2	4,40
5	9,93 [2,48 g]	Isocianurato de dialilo	0,12 [0,025 g]	1,2	1,0	4,52
6	9,90 [2,47 g]	Isocianurato de dialil-N- propilo	0,12 [0,030 g]	1,2	1,2	3,87
7	9,68 [2,41 g]	Isocianurato de dialil-N- propilo	0,35 [0,088 g]	3,6	3,7	5,39
8	9,56 [2,38 g]	Isocianurato de dialil-N- propilo	0,47 [0,118 g]	4,9	5,0	4,82

Los resultados representados en la tabla 1 justifican que con el sistema correticulante según la invención, es decir, con la composición (A), se pueden obtener láminas con una resistencia específica elevada. De este modo, todos los valores de VR de las láminas producidas con el sistema correticulante según la invención son más elevados que el valor de la lámina que se obtuvo con un reticulante del estado de la técnica, TAIC.

5

REIVINDICACIONES

- 1.- Composición (B) que comprende al menos un copolímero de poliolefina y una composición (A), comprendiendo la composición (A)
- (i) al menos un compuesto (I) seleccionado a partir del grupo constituido por isocianurato de trialilo, cianurato de trialilo; y
 - (ii) al menos un compuesto (II);

definiéndose el compuesto (II) generalmente mediante una fórmula estructural química seleccionada a partir del grupo constituido por (II-A), (II-B), (II-C), (II-D) con

(II-A):
$$A^{1} \bigvee_{\substack{l \\ R^{1} \\ R^{2}}}^{N} \bigwedge_{l}^{A^{2}}$$
; (II-B): $A^{3} \bigvee_{\substack{l \\ A^{4} \\ R^{4}}}^{N} \bigvee_{\substack{l \\ R^{4} \\ R^{4}}}^{R^{3}}$; (II-C): $A^{5} \bigvee_{\substack{l \\ N \\ R^{5} \\ R^{5} \\ R^{5}}}^{N} \bigvee_{\substack{l \\ N \\ R^{5} \\ R^{5}$

10 v siendo

20

25

35

5

n = 0 o 1;

seleccionándose A¹, A², A³, A⁴, A⁵, A⁶, A⁷, A⁸, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por grupo metacrilo, grupo acrilo, grupo alquenilo ramificado o no ramificado con 3 a 18 átomos de carbono, que presenta el menos un doble enlace terminal;

seleccionándose R¹, R², R³, R⁴, R⁵, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por hidrógeno,

grupo alquilo no ramificado o ramificado con 1 a 20 átomos de carbono, en el que uno o varios restos hidrógeno pueden estar substituidos respectivamente por un resto halógeno, y en el que además uno o dos restos hidrógeno pueden estar substituidos en cada caso por un resto seleccionado a partir del grupo constituido por -OR⁶, -C(=O)NR⁷R⁸, seleccionándose R⁶, R⁷, R⁸, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por hidrógeno, grupo alquilo ramificado o no ramificado con 1 a 10 átomos de carbono,

grupo cicloalquilo con 3 a 12 átomos de carbono, en el que uno o varios restos hidrógeno pueden estar substituidos respectivamente por un resto halógeno, y en el que además uno o dos restos hidrógeno pueden estar substituidos respectivamente por un resto seleccionado a partir del grupo constituido por -OR⁹, -C(=O)NR¹⁰R¹¹, seleccionándose R⁹, R¹⁰, R¹¹, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por hidrógeno, grupo alquilo ramificado o no ramificado con 1 a 10 átomos de carbono.

y seleccionándose los restos R¹ y R² respectivamente también a partir del grupo constituido por grupo metacrilo, grupo acrilo, grupo alquenilo ramificado o no ramificado con 3 a 18 átomos de carbono, que presenta al menos un doble enlace terminal;

- y presentándose al menos uno compuesto (II) contenido en la composición (A) en una proporción de al menos un 1 % en peso, referido al peso total de todos los compuestos (I) contenidos en la composición (A).
 - 2.- Composición (B) según la reivindicación 1, siendo el compuesto (I) isocianurato de trialilo.
 - 3.- Composición (B) según la reivindicación 1 o 2, siendo n = 0 o 1;

seleccionándose A¹, A², A³, A⁴, A⁵, A⁶, A⁷, A⁸, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por grupo metacrilo, grupo acrilo, grupo alilo;

seleccionándose R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por hidrógeno, grupo alquilo no ramificado o ramificado con 1 a 20 átomos de carbono,

- y pudiéndose seleccionar además los restos R¹ y R² respectivamente también a partir del grupo constituido por grupo metacrilo, grupo acrilo, grupo alilo.
- 4.- Composición (B) según la reivindicación 3, definiéndose el compuesto (II) generalmente mediante una fórmula estructural química seleccionada a partir del grupo constituido por (II-A), (II-B);
- 5 y seleccionándose A¹, A², A³, A⁴, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por grupo metacrilo, grupo acrilo, grupo alilo;
 - seleccionándose R¹, R², R³, R⁴, independientemente entre sí en cada caso, a partir del grupo constituido por hidrógeno, grupo alquilo no ramificado o ramificado con 1 a 20 átomos de carbono;
- y pudiéndose seleccionar además los restos R¹ y R² en cada caso también a partir del grupo constituido por grupo metacrilo, grupo acrilo, grupo alilo.
 - 5.- Composición (B) según una de las reivindicaciones 1 a 4, ascendiendo el peso total de todos los compuestos (II) contenidos en la composición (A) a un 1 hasta un 50 % en peso, referido al peso total de todos los compuestos (I) contenidos en la composición (A).
- 6.- Composición (B) según una de las reivindicaciones 1 a 5, siendo el copolímero de poliolefina un copolímero de etileno-acetato de vinilo.
 - 7.- Composición (B) según la reivindicación 6, presentando el copolímero de etileno-acetato de vinilo un contenido en acetato de vinilo de un 15 a un 50 % en peso, referido al peso total del copolímero de etileno-acetato de vinilo, determinado según la norma ASTM D 5594:1998.
- 8.- Composición (B) según una de las reivindicaciones 1 a 7, donde la proporción de composición (A) se sitúa en un
 20 0,05 a un 10 % en peso, referido a la masa de todos los copolímeros de poliolefina contenidos en la composición (B).
 - 9.- Composición (B) según una de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende adicionalmente al menos un iniciador seleccionado a partir del grupo constituido por compuestos peroxídicos, compuestos azoicos, fotoiniciadores.
 - 10.- Composición (B) según la reivindicación 9, siendo el iniciador un compuesto peroxídico.
- 11.- Composición (B) según una de las reivindicaciones 1 a 10, que comprende adicionalmente al menos un compuesto ulterior seleccionado a partir del grupo constituido por reticulantes, agentes de copulación de silano, antioxidantes, agentes antienvejecimiento, óxidos metálicos, hidróxidos metálicos, pigmentos blancos.
 - 12.- Composición (B) según la reivindicación 11, siendo el compuesto ulterior un agente de copulación de silano.
- 13.- Empleo de una composición (B) según una de las reivindicaciones 1 a 12 para la producción de una lámina para el encapsulado de un dispositivo electrónico.