



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: 2 727 713

51 Int. Cl.:

H01B 3/22 (2006.01) H01B 3/44 (2006.01) H01G 4/18 (2006.01) H01G 4/22 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: 26.04.2016 PCT/EP2016/059287

(87) Fecha y número de publicación internacional: 03.11.2016 WO16174034

96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 26.04.2016 E 16720781 (0)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: 06.03.2019 EP 3289593

54) Título: Estructura de película de polipropileno

(30) Prioridad:

28.04.2015 EP 15165299

Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 18.10.2019

(73) Titular/es:

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

(72) Inventor/es:

JACOBS, FRANCISCUS y BOELAERS, GUIDO

(74) Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

DESCRIPCIÓN

Estructura de película de polipropileno

Campo de la invención

La presente invención está dirigida a estructuras que comprenden películas de polipropileno orientadas biaxialmente y aceite. Especialmente, la presente invención está dirigida a una estructura que tiene un arrollamiento plano de película de BOPP y una lámina de aluminio cuya combinación está impregnada con aceite. En particular, la presente invención está dirigida a condensadores que comprenden tales estructuras.

Antecedentes de la invención

Un método para producir condensadores es enrollar una película de PP orientada biaxialmente (BOPP) con una lámina de aluminio. Actualmente, las películas de polipropileno estiradas biaxialmente, denominadas simplemente películas BOPP aquí posteriormente, se usan principalmente como un material de lámina dieléctrica de condensadores de potencia operados a una tensión de 600 V o superior en virtud de sus excelentes propiedades eléctricas. Un condensador de potencia de este tipo normalmente tiene una estructura como un ensamblaje empaquetado como una banda de varias a varias decenas de elementos de condensadores unitarios, cada una en la forma de un cuerpo enrollado de forma plana preparado enrollado una capa doble que consiste de una película de OPP y una lámina de aluminio. Tal ensamblaje empaquetado como una banda de condensadores unitarios está impregnado de aceite en el forro metálico antes del sellado hermético.

El documento EP-A-885918 describe películas impregnadas con aceite de BOPP que tienen una fracción de pentadas isotácticas del 99 % o más y un contenido de ceniza de 30 ppm o menos.

La alta fracción isotáctica a menudo conduce a problemas de procesabilidad, por ejemplo roturas de la película frecuentes durante la orientación de la película en la dirección de la máquina pero más específicamente en la dirección transversal en el horno de estirado o a demasiados estallidos de burbujas en la tecnología de película de doble burbuja.

Además, el alto contenido de material isotáctico a menudo tiene la consecuencia de que el material es más propenso a la degradación durante el procesamiento de la película. Desafortunadamente, muchos estabilizadores y combinaciones de estabilizadores que se han encontrado eficaces para películas de BOPP normales causan problemas en las películas impregnadas con aceite.

Los antioxidantes secundarios, tales como el fosfito de tris(2,4-di*terc*-butilfenilo), aumentan la disipación que es perjudicial para el condensador.

Además, ciertos antioxidantes primarios se migran de la película de BOPP hacia el aceite, lo que deteriora el aceite.

Se es el caso, especialmente si el aceite contiene hidrocarburos aromáticos, tales como los derivados de benciltolueno.

Por lo tanto, el objetivo de la presente invención fue producir una película orientada biaxialmente que está en contacto con el aceite y que está hecha de polipropileno que tiene una combinación de alta cristalinidad y una buena procesabilidad y que no se degrada durante la extrusión y el procesamiento de la película. Además, los condensadores que comprenden tales películas y aceite tienen una vida útil prolongada y los componentes de la película tienen una tendencia reducida a migrar al aceite. Por lo tanto, las películas se pueden usar en combinación con una amplia variedad de aceites. Las películas son especialmente útiles en combinación con los aceites que contienen hidrocarburos aromáticos, especialmente hidrocarburos aromáticos, tales como los derivados de tolueno.

Sumario de la invención

25

35

40 Como se considera desde un aspecto, la presente invención proporciona una estructura que comprende una película que tiene una capa que comprende un homopolímero de propileno cuya capa está en contacto con el aceite, caracterizada por que el homopolímero de propileno tiene un contenido de pentadas isotácticas de 95 % a 98 % y un contenido de ceniza de no más de 30 ppm.

Descripción detallada

45 <u>Homopolímero de propileno</u>

El homopolímero de propileno se produce por polimerización del propileno en la presencia de un catalizador de polimerización. El catalizador de polimerización normalmente comprende un componente sólido que comprende un

haluro de titanio, tal como tricloruro de titanio, el cual en combinación con un alquil aluminio forma el catalizador. El homopolímero de propileno se produce así poniendo en contacto el propileno, el catalizador de polimerización y un agente de transferencia de cadena, tal como hidrógeno, opcionalmente en un diluyente inerte, a una temperatura de 60 a 90 °C y una presión de 0,5 MPa a 10 MPa (5 a 100 bar).

5 El homopolímero de propileno tiene una alta cristalinidad. Por lo tanto, el mismo tiene un contenido de la fracción de pentadas isotácticas de 95 a 98 %, preferentemente de 95,5 a 98 % y en particular de 96 a 97,5 %. Si el contenido de pentadas isotácticas es inferior al 95 %, entonces la cristalinidad final de la película es bastante baja y las propiedades de tracción y los módulos de la película disminuyen, especialmente en películas de BOPP producidas en tecnologías de doble burbuja. Por otro lado, si el contenido de pentadas isotácticas es mayor que 98 %, entonces hay frecuentes 10 roturas de película durante la orientación de la película en la dirección de la máquina, por un lado, y más específicamente en la dirección transversal en el horno de estirado, por el otro lado, o demasiadas explosiones de burbujas en la tecnología de película de doble burbuja. El contenido de la fracción de pentadas isotácticas se determina normalmente mediante el catalizador de polimerización usado para producir el homopolímero de propileno. Los catalizadores adecuados son, por ejemplo, los descritos en los documentos US-A-4534953 y EP-A-99026. Además, 15 se sabe que influye en la fracción del material isotáctico mediante el uso de donadores adecuados, donadores de electrones ya sea internos o externos. Los donadores internos son parte del componente de catalizador sólido. Los ejemplos de donadores internos adecuados incluyen los éteres, cetonas, ésteres y sus combinaciones. Los donadores externos normalmente se ponen en contacto con el alquil aluminio, dos combinados de los cuales forman un cocatalizador. Los donadores externos adecuados incluyen los éteres, ésteres, éteres de silicio, aminas y sus 20 combinaciones.

Además, el homopolímero de propileno tiene un contenido de cenizas de no más de 30 ppm, preferentemente no más de 20 ppm y en particular no más de 15 ppm. El bajo contenido de cenizas es necesario porque las impurezas metálicas en la película pueden causar una reducción en el voltaje de ruptura.

Normalmente, el bajo contenido de cenizas se puede obtener usando un catalizador que tiene una actividad suficientemente alta para que los residuos del catalizador permanezcan a un nivel bajo. Alternativamente, se puede usar un catalizador con un pequeño contenido de metal. Todavía alternativamente, el polímero puede someterse a una o más etapas de lavado en donde los residuos del catalizador se disuelven y se retiran del polímero.

30

35

40

55

Los catalizadores adecuados que se pueden usar para producir el homopolímero de propileno incluyen los catalizadores basados en un componente sólido que comprende tricloruro de titanio, que contiene opcionalmente un éter o un éster como donador interno; los catalizadores basados en un componente sólido que comprende tetracloruro de titanio soportado en dicloruro de magnesio que contiene un éter o un éster como donador interno; los catalizadores basados en un componente sólido que comprende tetracloruro de titanio que se preparan solidificando una emulsión que comprende gotitas de tetracloruro de titanio y dicloruro de magnesio y cuyo componente sólido comprende un éter o un éster como un donador interno; y catalizadores basados en un componente sólido que comprende tetracloruro de titanio que se preparan precipitando el tetracloruro de titanio y dicloruro de magnesio simultáneamente a partir de una solución y cuyo componente sólido comprende un éter o un éster como un donador interno. Tales componentes sólidos se usan con un compuesto de alquilaluminio, tal como trietilaluminio o cloruro de dietilaluminio, o mezclas de compuestos de alquilaluminio, opcionalmente en combinación con un donador externo. Se prefiere especialmente que el componente sólido comprenda un donador de electrones. Cuando se usan tales catalizadores, se ha encontrado que el homopolímero de propileno está dentro de los límites especificados.

Un proceso que es particularmente eficaz para producir homopolímeros de propileno que son adecuados para preparar las películas para la presente invención se describe en el documento EP-A-2543684 en el que se usa un catalizador basado en un componente sólido que comprende tricloruro de titanio en combinación con un alquilaluminio, un éter orgánico y un metacrilato de alquilo.

La polimerización se realiza convenientemente en suspensión. En tal proceso, el catalizador, el hidrógeno y el monómero de propileno se ponen en contacto en un diluyente que comprende esencialmente uno o más alcanos que tienen de 4 a 15 átomos de carbono, preferentemente de 10 a 14 átomos de carbono. Por "que comprende esencialmente" se entiende que el diluyente comprende al menos 90 %, preferentemente al menos 95 % y más preferentemente al menos 99 % en peso de uno o más de tales alcanos.

La polimerización se realiza normalmente a una temperatura de 50 a 100 °C, preferentemente de 60 a 80 °C y una presión de 0,1 a 5 MPa (1 a 50 bar), preferentemente de 0,3a 1,5 MPa (3 a 15 bar).

Preferentemente, el proceso comprende una o más etapas de lavado. El lavado se realiza normalmente poniendo en contacto la suspensión del polímero con un diluyente de hidrocarburo a en una o más etapas. Preferentemente, la suspensión del polímero se pone en contacto con el diluyente de hidrocarburo en al menos dos etapas. Cuando el lavado incluye múltiples etapas, se prefiere entonces que en al menos una etapa esté presente un alcohol o un éter además del diluyente de hidrocarburos. Esto facilita la eliminación de los componentes del catalizador del polímero y de ese modo se puede obtener un polímero con un contenido de ceniza muy bajo.

Aditivos

15

40

50

Los aditivos usados en la presente invención se seleccionan preferentemente del grupo que consiste de agentes de nucleación, antioxidantes, depuradores de ácidos y estabilizadores. En el texto siguiente, los antioxidantes y estabilizadores se pueden denominar comúnmente como estabilizadores.

El homopolímero de propileno de acuerdo con la presente invención tiene una isotacticidad más alta que los homopolímeros de propileno usados convencionalmente. Por lo tanto, ha sido habitual usar polipropilenos que tienen una isotacticidad del 90 al 94 % en las películas impregnadas con aceite. Sin embargo, se ha encontrado que cuando se usan homopolímeros de propileno que tienen una isotacticidad del 95 al 98 % en la aplicación de películas impregnadas con aceite, el polímero es más propenso a la degradación que el homopolímero convencional de propileno que tiene una isotacticidad del 90 al 94 %. Por lo tanto, se requiere una estabilización más efectiva para el polímero.

Otro problema es que algunos estabilizadores tienden a disolverse en el aceite y por lo tanto, migran del polímero al aceite. Esto deteriora el aceite, por un lado, y deja el polímero sin suficiente estabilización, por otro lado. Por lo tanto, se prefiere tener un estabilizador o una combinación de estabilizadores que no tenga los inconvenientes descritos anteriormente y que no influya adversamente en las propiedades eléctricas de la película.

Los antioxidantes y estabilizadores usados en la presente invención se seleccionan preferentemente del grupo que consiste de 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibencil)benceno, butilhidroxitolueno y mezclas de los mismos.

- El 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibencil)benceno está presente preferentemente en una cantidad de 500 a 2000 ppm, basado en el peso del homopolímero de propileno. Más preferentemente, el 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibencil)benceno está presente en una cantidad de 600 a 1700 ppm, y en particular de 600 a 1500 ppm, basado en el peso del homopolímero de propileno. El 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibencil)benceno está disponible bajo los nombres comerciales de Irganox 1330, Anox 330, Ethanox 330 y Kinox 30.
- El butilhidroxitolueno (BHT) está presente preferentemente en una cantidad de 100 a 1000 ppm, basado en el peso del homopolímero de propileno. Más preferentemente, el butilhidroxitolueno (BHT) está presente en una cantidad de 200 a 900 ppm y en particular de 300 a 800 ppm, basado en el peso del homopolímero de propileno. El butilhidroxitolueno está disponible con los nombres comerciales de lonol CP y Vulkanox BHT.
- Se ha encontrado en el presente, que el BHT actúa como un estabilizador del proceso. El mismo evita que el polímero se degrade durante la extrusión. De ese modo, el MFR del polímero medido a partir de la película no es sustancialmente mayor que el MFR del polímero medido a partir de las pelotillas.
 - En particular, los antioxidantes y estabilizadores no contienen preferentemente antioxidantes secundarios que contienen fósforo, tales como fosfito de tris(2,4-di*terc*-butilfenilo), porque tales compuestos aumentan la disipación en el condensador final.
- Además, los antioxidantes y estabilizadores no contienen preferentemente el tetraquis(3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propionato) de pentaeritritol ya que este compuesto tiende a migrar de la película al aceite. Esto conduce al deterioro del aceite.
 - Los agentes de nucleación normalmente se seleccionan del grupo que consiste de sales de ácidos monocarboxílicos y ácidos policarboxílicos, tales como el benzoato de sodio; los compuestos de sorbitol, tales como los diacetales de sorbitol o xilitol; los agentes de nucleación basados en nonitol; los compuestos basados en fósforo, tales como fosfatos de mono, bis o tetra-fenilo; fenil-aminas impedidas, tales como fenil-propionamidas impedidas; talco; agentes de nucleación poliméricos, tales como homopolímeros de vinilciclohexano y 4-metil-1-buteno; y mezclas de dos o más de los compuestos mencionados anteriormente.
- Los depuradores de ácidos son normalmente sales de ácidos orgánicos, como los estearatos. Los mismos tienen la función de neutralizar los ácidos en el polímero. Los ejemplos de tales compuestos son el estearato de calcio, el estearato de zinc y el óxido de zinc.

Otros componentes

La película puede contener otros componentes poliméricos preferentemente en una cantidad de no más de 10 % en peso, más preferentemente no más de 5 % en peso. Tales otros componentes poliméricos pueden ser homopolímeros o copolímeros adicionales de propileno, homo o copolímeros de etileno y similares. Si están presentes componentes poliméricos adicionales, preferentemente son otros homopolímeros o copolímeros de propileno, más preferentemente

homopolímeros de propileno. Tales polímeros pueden ser, por ejemplo, polímeros portadores de lotes maestros de aditivos y similares.

Otros componentes poliméricos adecuados son el polipropileno ramificado de cadena larga, tal como se describe en los documentos EP-A-792894 y US-A-6077907, polivinilciclohexano, poli-4-metil-1-buteno y similares. Estos polímeros están presentes normalmente en una cantidad de no más de 5 % en peso y más preferentemente en una cantidad de no más de 3 % en peso.

Película de BOPP

5

La película de polipropileno orientada biaxialmente se produce a partir del homopolímero de propileno en cualquier método adecuado conocido en la técnica.

- De acuerdo con un método adecuado, la película se extruye a través de un troquel plano. El producto extruido se enfría en un rodillo de enfriamiento para que la película se solidifique. Luego la temperatura se ajusta a 145 150 °C haciendo pasar la película sobre rodillos calientes. Cuando la película tiene la temperatura deseada, se hace pasar a través de uno o más conjuntos de rodillos de estirado de modo que la relación de estirado al final sea desde 4:1 hasta 6:1
- A continuación, la película se hace pasar a una serie de rodillos de recocido en donde se calienta a una temperatura tal que la película no se contraiga en la dirección de la máquina. La película se hace pasar entonces a una cadena que contiene pinzas que se cierran sobre la película. La película se calienta a 160 °C, después de lo cual la cadena diverge a una proporción de 8:1 a 10:1 (ancho final: ancho original). A continuación, la película se templa a 155 °C para reducir la contracción. A continuación, los bordes se recortan y la película se corta y se enrolla.
- Según un método alternativo, la línea de orientación funciona mediante el así denominado "proceso de doble burbuja", es decir, los polímeros se extruyen a través de una matriz circular y se enfrían rápidamente en un mandril de enfriamiento interno formando así un tubo primario grueso que luego se recalienta hasta una temperatura adecuada, tal como 155 a 160 °C, y el soplado para formar la burbuja principal de película delgada.
- La orientación simultánea sin contacto se logra debido al inflado con aire durante la fase de puesta de arranque. Este aire permite la orientación transversal mientras que la orientación en la dirección de la máquina se toma simultáneamente debido a la diferencia de velocidad entre el estrechamiento de la línea de contacto entre el rodillo de compresión de estirado y el rodillo de compresión de la torre.

La burbuja se enfría por medio de aire y luego se hace plana; después del recorte del borde, las dos bandas obtenidas se enrollan en dos carretes.

30 Condensador

35

40

Un dispositivo de este tipo tiene habitualmente una estructura como un ensamblaje empacado con una banda de varias a varias decenas de unidades de elementos condensadores cada una en la forma de un cuerpo laminado aplanado preparado mediante el enrollado de una doble capa que consiste de una película de OPP y una lámina de aluminio. Tal ensamblaje empacado con una banda de condensadores unitarios es impregnado con aceite en un forro metálico antes de ser sellado herméticamente.

Los aceites adecuados usados en la estructura incluyen aceites minerales, aceites de hidrocarburos sintéticos, aceites vegetales y aceites de silicona.

Un grupo de aceites son aquellos que contienen hidrocarburos aromáticos, preferentemente hidrocarburos aromáticos cíclicos, tales como derivados de tolueno, en una cantidad de al menos 20 % en peso, preferentemente de al menos 50 % en peso. Tales aceites se usan generalmente en condensadores debido a su excelente resistencia al envejecimiento térmico. Los mismos están disponibles, entre otros, bajo el nombre comercial de Jarylec™ de Arkema.

Las estructuras según la presente invención son adecuadas para ser usadas, por ejemplo, en la corrección del factor de potencia de alto voltaje.

Beneficios de la invención

Los condensadores que incluyen las estructuras de acuerdo con la presente invención tienen una buena resistencia al calor y tienen buenas propiedades eléctricas. Especialmente, sus propiedades dieléctricas se mantienen durante un largo período de tiempo. Además, los condensadores se pueden usar hasta las temperaturas de aproximadamente 105 °C. Además, los componentes de la película no migran hacia ningún tipo de aceite, entre otros, no migran hacia

los aceites que contienen hidrocarburos aromáticos cíclicos en una cantidad de al menos 20 % en peso.

Descripción de los métodos

Cuantificación de la microestructura por espectroscopía de RMN

La espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN) cuantitativa se usó para cuantificar la isotacticidad y regioregularidad de los homopolímeros de propileno.

Se registraron espectros de RMN-¹³C{¹H} cuantitativos en el estado de solución usando un espectrómetro Bruker Advance III 400 NMR que funciona a 400,15 y 100,62 MHz para ¹H y ¹³C, respectivamente. Todos los espectros se registraron usando un cabezal de sondeo de temperatura extendida de 10 mm optimizado en ¹³C a 125 ºC usando gas nitrógeno para todos los sistemas neumáticos.

- Para los homopolímeros de propileno, se disolvieron aproximadamente 200 mg del material en 1,2-tetracloroetano-d2 (TCE-d2). Para asegurar una solución homogénea, después de la preparación de la muestra inicial en un bloque de calentamiento, el tubo de RMN se calentó adicionalmente en un horno rotatorio durante al menos 1 hora. Tras la inserción en el imán, el tubo se centrifugó a 10 Hz. Esta configuración se eligió principalmente para la alta resolución necesaria para la cuantificación de la distribución de tacticidad (Busico, V., Cipullo, R., Prog. Polym. Sci. 26(2001) 443;
 Busico, V., Cipullo, R., Monaco, G., Vacatello, M., Segre, A.L., Macromolecules 30 (1997) 6251). La excitación estándar de pulso único se empleó utilizando el NOE y el esquema de desacoplamiento WALTZ16 de dos niveles (Zhou, Z., Kuemmerle, R., Qiu, X., Redwine, D., Cong, R., Taha, A., Baugh, D. Winniford, 15 B., J. Mag. Reson. 187 (2007) 225; Busico, V., Carbonniere, P., Cipullo, R., Pellecchia, R., Severn, J., Talarico, G., Macromol. Rapid Commun.
- 20 Se procesaron los espectros de RMN ¹³C{¹H} cuantitativos, las propiedades cuantitativas integradas y relevantes se determinaron a partir de las integrales usando programas informáticos propios.

Para los homopolímeros de propileno, todos los desplazamientos químicos están referenciados internamente a la pentada isotáctica de metilo (mmmm) a 21,85 ppm.

Se observaron señales características correspondientes a los defectos de la región (Resconi, L, Cavallo, L, Fait, A., Piemontesi, F., Chem. Rev. 2000, 100, 1253; Wang, W-J., Zhu, S., Macromolecules 33 (2000), 1157; Cheng, H.N., Macromolecules 17 (1984), 1950) o el comonómero.

La distribución de la tacticidad se cuantificó a través de la integración de la región del metilo entre 23,6-19,7 ppm corrigiendo para cualesquiera sitios no relacionados con las secuencias estéreo de interés (Busico, V., Cipullo, R., Prog. Polym. Sci. 26 (2001) 443; Busico, V., Cipullo, R., Monaco, G., Vacatello, M., Segre, AL, Macromolecules 30 (1997) 6251).

Por isotacticidad de la pentada se entiende la fracción de las pentadas isotácticas (mmmm).

2007, 28, 11289). Se adquirieron un total de 8192 (8k) transitorios por espectros.

Reología:

30

35

Las mediciones reológicas dinámicas se llevaron a cabo con Rheometrics RDA-II QC en muestras moldeadas por compresión en atmósfera de nitrógeno a 230 °C usando una placa de 25 mm de diámetro y la geometría de la placa. Los experimentos de cizalladura oscilatoria se realizaron dentro del intervalo viscoelástico lineal de la deformación a frecuencias de 0,015 a 300 rad/s (ISO 6721-10).

Los valores del módulo de almacenamiento (G'), el módulo de pérdida (G"), el módulo complejo (G*) y la viscosidad compleja (η^*) se obtuvieron en función de la frecuencia (ω) .

La viscosidad de cizalladura cero (η₀) se calculó usando la fluidez compleja definida como el recíproco de la viscosidad compleja. Su parte real e imaginaria se define así por

$$f'(\omega) = \eta'(\omega)/[\eta'(\omega)^2 + \eta''(\omega)^2]$$

У

$$f(\omega) = \eta''(\omega)/[\eta'(\omega)^2 + \eta''(\omega)^2]$$

De las siguientes ecuaciones

$$\eta' = G''/\omega y \eta " = G'/\omega$$

$$f'(\omega) = G''(\omega) \cdot \omega / [G'(\omega)^2 + G''(\omega)^2]$$

$$f''(\omega) = G''(\omega) \cdot \omega / [G'(\omega)^2 + G''(\omega)^2]$$

La relación de la viscosidad compleja eta*(0,05rad/seg)/eta* (300rad/seg), también el índice de adelgazamiento por cizalladura es la relación de la viscosidad compleja (η *) a 0,05 rad/seg a la viscosidad compleja (η *) a 300 rad/seg.

El índice de polidispersidad, PI, PI = $10^5/G_c$, se calcula a partir del punto de cruce de $G'(\omega)$ y $G''(\omega)$, para el cual se cumple $G'(\omega_c) = G''(\omega_c)$.

Velocidad de flujo del material fundido

La velocidad de flujo del material fundido (MFR, MFR₂) se determinó de acuerdo con ISO 1133 a 230 ºC bajo la carga de 2,16 kg.

Temperatura de fusión y cristalinidad de la película

La temperatura de fusión se midió en aproximadamente 5 a 7 mg de las muestras de película con una calorimetría de barrido diferencial (DSC) en un aparato de TA Instrument Q200. La DSC se ejecuta de acuerdo con ISO 11357 / parte 3 / método C2 en un ciclo de calor / frío / calor con una velocidad de exploración de 10 ºC/min en el intervalo de temperatura de -30 a + 225 ºC. La cristalinidad se obtiene dividiendo la entalpía de fusión medida (en J/g) entre la entalpía de fusión de polipropileno cristalino al 100 %, 209 J/g.

<u>Índice de amarillez</u>

10

15

30

35

40

El índice de amarillez se determinó de acuerdo con ASTM E-313.

Contenido de cenizas

El contenido de cenizas del polímero se determinó por la combustión del polímero en un crisol de platino pesado. Se pesan aproximadamente 100 gramos del polímero en el crisol. El crisol se calienta entonces en la llama de un mechero Bunsen para que el polímero se queme lentamente. Después de que el polímero se quema completamente, el crisol se enfría, se seca y se pesa. El contenido de ceniza es entonces el peso del residuo dividido entre el peso de la muestra de polímero. Se realizan al menos dos mediciones y si la diferencia entre las mediciones es de más de 7 ppm, se realiza una tercera medición.

Ejemplos

Ejemplo 1

El proceso de polimerización según el ejemplo 1 de la invención de EP-A-2543684 se usó para la polimerización del propileno. Se alimentaron el hidrógeno y el propileno en el reactor de modo que en cada uno de los reactores de polimerización se produjo un homopolímero de propileno que tuvo un MFR₂ de aproximadamente 3,4 g/10 min. En el polímero se añadió Irganox 1330 en una cantidad de 1000 ppm y BHT en una cantidad de 750 ppm. El homopolímero de propileno tuvo un índice de polidispersidad de 5,5 Pa⁻¹, un índice de adelgazamiento por cizalladura de 14, un contenido de ceniza de 8 ppm y una isotacticidad de la pentada de 96,2 %.

El homopolímero de propileno como se describió anteriormente se extruyó hasta una película y posteriormente se orientó biaxialmente de manera gradual, la película resultante tiene un espesor de 11 μm. La película tuvo una temperatura de fusión de 167 °C y una cristalinidad del 44,6 %.

Ejemplo 2

Se siguió el procedimiento del ejemplo 1 de otra manera, excepto que en lugar de Irganox 1330, se usó Irganox 1010 y no se usó BHT. El homopolímero de propileno tuvo un índice de polidispersidad de 5,5 Pa⁻¹, un índice de adelgazamiento por cizalladura de 14, un contenido de ceniza de 8 ppm y una isotacticidad de la pentada del 96,2 %.

Ejemplo comparativo 1

Se siguió el procedimiento del ejemplo 1 de otra manera, excepto que el proceso de polimerización se realizó de acuerdo con el ejemplo comparativo 1 del documento EP-A-2543684 y que en lugar de Irganox 1330, se usó Irganox

1010 y no se usó BHT. El homopolímero de propileno tuvo un índice de polidispersidad de 4,5 Pa⁻¹, un índice de adelgazamiento por cizalladura de 10, un contenido de ceniza de 9 ppm y una isotacticidad de la pentada de 92,2 %.

El homopolímero de propileno como se describió anteriormente se extruyó hasta una película y posteriormente se orientó biaxialmente de manera gradual, teniendo la película resultante un grosor de 11 μm. La película tuvo una temperatura de fusión de 166 °C y una cristalinidad del 42,6 %.

Como se puede observar del ejemplo 1 y del ejemplo comparativo 1, la película del ejemplo 1 tuvo una cristalinidad y una temperatura de fusión más grandes que la película del ejemplo comparativo 1.

La estabilidad de los polímeros del ejemplo 1 y el ejemplo comparativo 1 se evaluó sometiendo los polímeros a pruebas de extrusión múltiples. Se midió el índice de amarillez del polímero.

Tabla 1: Índice de amarillez de los polímeros de los ejemplos 1 y 2 y del ejemplo comparativo 1 después de extrusiones múltiples.

Número de extrusiones	E1	E2	CE1
1	0,8	2,5	1,2
2	2,3	5,2	2,8
3	3,0	6,6	3,3
4	4,1	8,3	4,8
5	4,8	9,0	4,8

Los datos indican que los polímeros del ejemplo 1 y del ejemplo comparativo 1 tienen la misma resistencia contra la degradación.

Ejemplo 3

5

10

Una muestra de la película del ejemplo 1 se sumergió en el aceite Jarylec C101 a 80 °C durante un período de 100 días. Cuando se analizó el aceite, no se encontraron señales de Irganox 1330 o BHT.

Ejemplo Comparativo 2

El procedimiento del ejemplo 3 se repitió con la película del ejemplo comparativo 1. Cuando se analizó el aceite, se encontró que contuvo Irganox 1010 que había migrado hacia el aceite de la película.

20 Ejemplo 4

Para ilustrar adicionalmente el efecto de la estabilización, el polvo del polímero producido de acuerdo con el proceso del ejemplo 1 pero que tienen un MFR₂ ajustado a 2,8 g/10 min se mezcló con Irganox 1330 en una cantidad de 1000 ppm y BHT en una cantidad de 750 ppm. El polímero se extruyó en pelotillas. El MFR₂ de las pelotillas se midió y se encontró que fue de 3,3 g/10 min.

Otro lote del mismo polímero se mezcló solamente con 1000 ppm de Irganox 1330. Se midió el MFR₂ de las pelotillas y se encontró que va a ser de 4,8 g/10 min.

REIVINDICACIONES

1. Una estructura que comprende una película orientada biaxialmente que tiene una capa que comprende un homopolímero de propileno cuya capa está en contacto con el aceite, **caracterizada por que** el homopolímero de propileno tuvo un contenido de pentadas isotácticas del 95 % al 98 % y un contenido de ceniza de no mayor que 30 ppm.

5

30

- 2. La estructura de conformidad con la reivindicación 1, en donde la película orientada biaxialmente comprende de 600 a 5000 ppm de aditivos seleccionados del grupo que consiste de estabilizadores, depuradores de ácidos y agentes de nucleación.
- 3. La estructura de conformidad con la reivindicación 2, en donde los estabilizantes se seleccionan del grupo que consiste de 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibencil)benceno en una cantidad de 500 a 2000 ppm, butilhidroxitolueno en una cantidad de 100 a 1000 ppm, ambos basados en la cantidad del homopolímero de propileno y las mezclas de los mismos.
 - 4. La estructura de conformidad con la reivindicación 2 o la reivindicación 3, en donde el aceite comprende al menos un 20 % en peso de hidrocarburos aromáticos.
- 15 5. La estructura de conformidad con la reivindicación 4, en donde el aceite comprende hidrocarburos aromáticos cíclicos.
 - 6. La estructura de conformidad con la reivindicación 5, en donde el aceite comprende al menos un 50 % en peso de hidrocarburos aromáticos cíclicos.
- 7. La estructura de conformidad con la reivindicación 5 o la reivindicación 6, en donde los hidrocarburos aromáticos cíclicos son derivados de tolueno.
 - 8. Uso de películas orientadas biaxialmente que comprenden un homopolímero de propileno que tiene un contenido de pentadas isotácticas del 95 % al 98 % y un contenido de cenizas de no más de 30 ppm para fabricar condensadores que comprenden la película orientada biaxialmente y el aceite.
- 9. Uso de conformidad con la reivindicación 7, que comprende las etapas de devanar de manera plana la película y una lámina de aluminio para obtener una estructura enrollada e impregnar la estructura enrollada con el aceite.
 - 10. Uso de conformidad con la reivindicación 8, en donde la película comprende de 600 a 5000 ppm de aditivos seleccionados del grupo que consiste de estabilizadores, depuradores de ácidos y agentes de nucleación.
 - 11. Uso de conformidad con la reivindicación 10, en donde los estabilizadores se seleccionan del grupo que consiste de 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibencil)benceno en una cantidad de 500 a 2000 ppm, butilhidroxitolueno en una cantidad de 100 a 1000 ppm, ambos basados en la cantidad del homopolímero de propileno y las mezclas de los mismos.
 - 12. El uso de conformidad con la reivindicación 10 o la reivindicación 11, en donde el aceite comprende al menos 20 % en peso de hidrocarburos aromáticos.
 - 13. El uso de conformidad con la reivindicación 12, en donde el aceite comprende hidrocarburos aromáticos cíclicos.
- 35 14. El uso de conformidad con la reivindicación 13, en donde el aceite comprende al menos el 50 % en peso de hidrocarburos aromáticos cíclicos.
 - 15. El uso de conformidad con la reivindicación 13 o 14, en donde los hidrocarburos aromáticos cíclicos son derivados de tolueno.