

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS  
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 732 911**

(51) Int. Cl.:

**C08J 5/18**

(2006.01)

(12)

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.05.2012 PCT/US2012/037603**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **15.11.2012 WO12155083**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.05.2012 E 12725183 (3)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2019 EP 2707423**

---

(54) Título: **Películas de polieterimida amorfas para condensadores, métodos de fabricación y artículos fabricados a partir de las mismas**

(30) Prioridad:

**12.05.2011 US 201161485285 P**

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

**26.11.2019**

(73) Titular/es:

**SABIC GLOBAL TECHNOLOGIES B.V. (100.0%)  
Plasticslaan 1  
4612 PX Bergen op Zoom, NL**

(72) Inventor/es:

**CHOATE, KIM R.;  
SILVI, NORBERTO;  
CHEN, QIN y  
MC TIGUE, ROBERT COLIN**

(74) Agente/Representante:

**CURELL SUÑOL, S.L.P.**

**ES 2 732 911 T3**

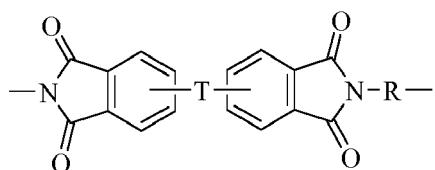
---

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

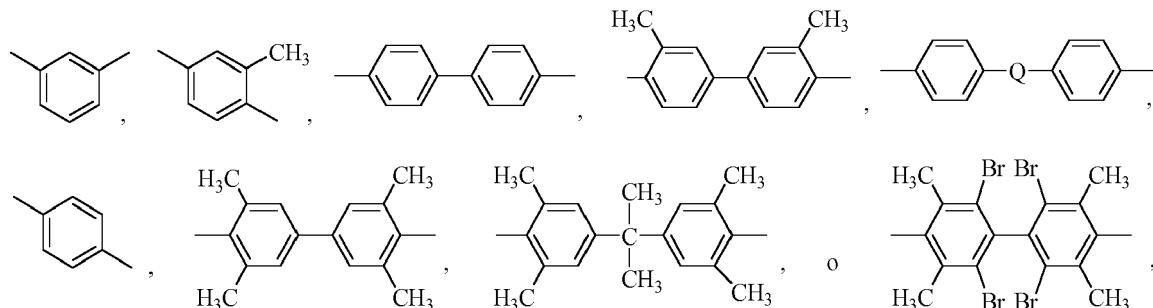
Películas de polieterimida amorfas para condensadores, métodos de fabricación y artículos fabricados a partir de las mismas.

- 5                   **Antecedentes de la invención**
- 10                  La presente divulgación se refiere a películas de polímero, y en particular a películas de polieterimida amorfas útiles para la fabricación de condensadores.
- 15                  Los condensadores de película electrostática con alta densidad de energía volumétrica, alta temperatura de funcionamiento y larga vida útil son componentes críticos para electrónica industrial, automotriz y de potencia de pulsos. Los condensadores son esencialmente dispositivos de almacenamiento de energía que presentan dos placas conductoras paralelas separadas por una capa delgada de una película aislante (dieléctrica). Cuando se aplica una tensión a través de las placas, el campo eléctrico en la parte dieléctrica desplaza cargas eléctricas, y por tanto almacena energía. La cantidad de energía almacenada por un condensador depende de la constante dieléctrica del material aislante y de las dimensiones (área total y grosor) de la película, de tal manera que con el fin de maximizar la cantidad total de energía que puede acumular un condensador, se maximizan la constante dieléctrica y la tensión de ruptura de la película, y se minimiza el grosor de la película. Dado que las características físicas del material dieléctrico en el condensador son los factores determinantes primarios para el rendimiento de un condensador, mejoras en una o más de las propiedades físicas del material dieléctrico en un condensador pueden dar como resultado mejoras de rendimiento correspondientes en el componente de condensador, dando habitualmente como resultado potenciaciones del rendimiento y la vida útil del sistema o producto electrónico en el que se incorpora.
- 25                  Se han usado condensadores de película electrostática fabricados a partir de polipropileno biaxialmente orientado (BOPP) en aplicaciones que requieren un bajo factor de disipación, alta resistencia de aislamiento y baja absorción dieléctrica, tal como en electrodomésticos, equipos electrónicos, hornos y calderas, frigoríficos, automóviles y aparatos domésticos. La baja constante dieléctrica ( $D_k$ ), que es de aproximadamente 2.2, y la máxima temperatura de funcionamiento de aproximadamente 100°C, limitan la utilización de estos condensadores en aplicaciones que requieren altas temperaturas de funcionamiento y/o altas densidades de energía. Las películas de poli(tereftalato de etileno) (PET) y policarbonato (PC) presentan una constante dieléctrica superior a las películas de BOPP (aproximadamente 3.0), pero los condensadores fabricados a partir de estas películas sólo pueden utilizarse a temperaturas de funcionamiento de hasta aproximadamente 125°C. Las películas de polieterimida fabricadas mediante colada por disolvente pueden presentar una constante dieléctrica de aproximadamente 3.2 y temperaturas de funcionamiento de hasta aproximadamente 200°C. El procedimiento de colada por disolvente requiere la utilización de disolventes que aumentan el coste de fabricación de las películas, así como películas que pueden presentar pequeñas cantidades de disolvente atrapado en las mismas.
- 40                  IRWIN P C; TAN D Q; CAO Y; SILVI N; CARTER M; RUMLER M; GARET C: "Development of high temperature capacitors for high density, high temperature applications", SAE INTERNATIONAL JOURNAL OF AEROSPACE, vol. 1, n.º 1, 1 de enero de 2009 (01-01-2009), páginas 817-821, describe artículos, condensadores y dispositivos electrónicos fabricados a partir de una polieterimida (PEI) termoplástica comercialmente disponible, de 13 micrómetros de grosor.
- 45                  El documento JP8020060A2 propone producir una película de polieterimida que presenta un contenido extremadamente reducido de materias extrañas que presenta un grosor uniforme y buen aspecto. La película de polieterimida se produce mediante un método en el que una polieterimida con un contenido en agua de menos de 100 ppm se filtra y se extrude en un rodillo de colada mantenido a 140-220°C en forma de película en un estado fundido, y la película se extrude mediante rodillos de laminación que presentan superficies elásticas que se pone en contacto con el rodillo de colada a presión.
- 55                  Por lo tanto sigue existiendo una necesidad en la materia de nuevas películas y métodos para su fabricación que puedan producir películas de pureza muy alta y con excelentes propiedades eléctricas, en particular alta resistencia de ruptura ("breakdown strength") y alta constante dieléctrica. Sería una ventaja adicional si tales películas pudieran funcionar a alta temperatura. Sigue existiendo una necesidad adicional de métodos eficientes para producir tales películas que puedan adaptarse a procedimientos a escala industrial. Sería una ventaja adicional si tales métodos fueran respetuosos con el medio ambiente.
- 60                  **Sumario de la invención**
- La invención se refiere a una película extrudida sin disolvente, estirada de manera uniaxial, que comprende una polieterimida de la fórmula



en la que

- 5 T es -O- o un grupo de la fórmula -O-Z-O- en la que los enlaces divalentes del grupo -O- o el -O-Z-O- están en las posiciones 3,3', 3,4', 4,3' o 4,4' y Z es un radical divalente de las fórmulas



10

en las que Q es -O-, -S-, -C(O)-, -SO<sub>2</sub>-, -SO- o -C<sub>y</sub>H<sub>2y</sub>- en el que y es un número entero de desde 1 hasta 5; y

15 R es m-fenileno; y menos del 5 por ciento en peso de flúor, en la que la película presenta por lo menos una zona libre de arrugas que presenta un promedio de rugosidad de superficie de menos de +/- 3% del grosor promedio de la película según se mide mediante perfilometría óptica, y que presenta una primera superficie y una segunda superficie, comprendiendo la por lo menos una zona libre de arrugas extrudida:

20 un grosor de menos de 7 micrómetros, y

25 una variación del grosor de la película de +/-10% o menos del grosor de la película, y; además en la que la película presenta:

una constante dieléctrica a 1 kHz y temperatura ambiente de por lo menos 2.7;  
un factor de disipación a 1 kHz y temperatura ambiente del 1% o menos; y  
una resistencia de ruptura de por lo menos 300 voltios/micrómetro.

Asimismo se dan a conocer artículos que comprenden las películas anteriores.

30 En otra forma de realización, la invención se refiere a películas extrudidas, estiradas de manera uniaxial, metalizadas.

35 En otra forma de realización, la invención se refiere a condensadores fabricados a partir de películas extrudidas, estiradas de manera uniaxial, metalizadas.

40 En otra forma de realización, la invención se refiere a un artículo electrónico que comprende los condensadores fabricados a partir de película extrudida, estirada de manera uniaxial, metalizada, enrollada.

#### **Descripción detallada de la invención**

45 En el contexto de la presente invención se ha descubierto que películas de sustrato de polieterimida para condensadores electrostáticos que presentan excelentes propiedades pueden fabricarse en un procedimiento sin disolvente mediante extrusión. En una característica sorprendente e importante, las películas extrudidas pueden presentar grandes regiones libres de arrugas. Las regiones libres de arrugas son lo suficientemente lisas y planas de tal manera que la película de sustrato puede metalizarse para proporcionar una película metalizada que presenta una resistencia de ruptura de por lo menos 300 voltios/micrómetro. Las regiones libres de arrugas son lo suficientemente lisas y planas de tal manera que la película de sustrato puede metalizarse para proporcionar una película metalizada de resistencia de ruptura sustancialmente uniforme a través de la zona.

50 En particular, las regiones libres de arrugas presentan un grosor de más de 0 a 13, en el que cualquier variación del grosor de la película es de +/-10% del grosor de la película, y la rugosidad de superficie de la película es de menos del 3% del grosor promedio de la película. Las películas proporcionan un aumento de la constante

dieléctrica de condensador y la resistencia de ruptura dieléctrica en comparación con películas de la técnica anterior, al tiempo que conserva otras características físicas y eléctricas ventajosas, tales como flexibilidad, finura y estabilidad de constante dieléctrica. En particular, las películas pueden presentar una resistencia de ruptura a alta tensión (por lo menos 300 voltios/micrómetro), una alta constante dieléctrica (mayor de 2.7) y un bajo factor 5 de disipación (menos del 1%). Las películas pueden presentar además una constante dieléctrica que es estable hasta 150°C. Las películas y los condensadores fabricados a partir de las películas ofrecen por consiguiente ventajas con respecto a materiales y métodos actuales para la fabricación de componentes para la industria de la 10 electrónica. Una ventaja particular es que las películas pueden fabricarse de manera fiable a escala industrial en un procedimiento sin disolvente. La eliminación de disolvente a partir de películas que encierran disolvente puede ser difícil. Las películas extrudidas en la presente memoria se procesan sin disolvente, proporcionando una ventaja tanto de coste como de fabricación. En otra forma de realización, las películas extrudidas tienen más de 0 y menos 15 de o igual a 7 micrómetros.

En la presente solicitud de patente se dan a conocer diversos intervalos numéricos. Dado que estos intervalos son 15 continuos, incluyen todos los valores entre los valores mínimo y máximo. A menos que se indique expresamente lo contrario, los diversos intervalos numéricos especificados en esta solicitud son aproximaciones. Los puntos finales de todos los intervalos referidos al mismo componente o propiedad incluyen el punto final y pueden combinarse de manera independiente.

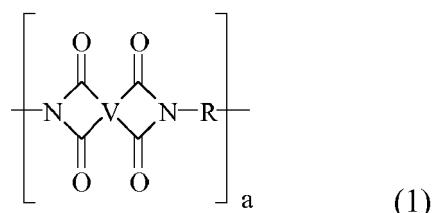
20 Todos los pesos moleculares en esta solicitud se refieren a pesos moleculares promedio en peso a menos que se indique lo contrario. Todos de tales pesos moleculares mencionados se expresan en Dalton.

Los términos "un" y "una" no indican una limitación de cantidad, sino que más bien indican la presencia de por lo 25 menos uno del elemento al que se hace referencia. Tal como se usa en la presente memoria, "combinación de los mismos" incluye uno o más de los elementos mencionados, opcionalmente junto con un elemento similar no mencionado. La referencia a lo largo de la totalidad de la memoria descriptiva a "una forma de realización", "otra forma de realización", "forma de realización", "algunas formas de realización", y así sucesivamente, significa que 30 un elemento particular (por ejemplo, rasgo característico, estructura, propiedad y/o característica) descrito en relación con la forma de realización se incluye en por lo menos una forma de realización descrita en la presente memoria, y puede o puede no estar presente en otras formas de realización. Además, debe entenderse que el/los elemento(s) descrito(s) puede(n) combinarse de cualquier manera adecuada en las diversas formas de realización.

35 Se describen compuestos usando nomenclatura convencional. Por ejemplo, se entiende que cualquier posición no sustituida con ningún grupo indicado presenta su valencia rellena por un enlace tal como se indica, o un átomo de hidrógeno. Un guión ("") que no está entre dos letras o símbolos se utiliza para indicar un punto de unión para un 40 sustituyente. Por ejemplo, -CHO se une a través del carbono del grupo carbonilo. El término "alquilo" incluye grupos hidrocarbonados alifáticos insaturados, C<sub>1-30</sub>, tanto de cadena lineal como ramificada, que presentan el número especificado de átomos de carbono. Los ejemplos de alquilo incluyen, pero no se limitan a, metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, s-butilo, t-butilo, n-pentilo, s-pentilo, n y s-hexilo, n y s-heptilo, y, n y s-octilo. El término "arilo" significa un resto aromático que contiene el número especificado de átomos de carbono, tal como fenilo, tropona, indanilo o naftilo.

45 Todas las pruebas de ASTM se basan en la edición de 2003 del Annual Book of ASTM Standards a menos que se indique lo contrario.

La polieterimida puede ser una polieterimida o una polieterimida-sulfona. Las composiciones de polieterimida utilizadas para formar las películas comprenden una polieterimida de fórmula (1)

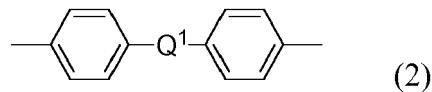


50 en la que a es mayor de 1, por ejemplo de 10 a 1,000 o más, o más específicamente de 10 a 500.

El grupo V en la fórmula (1) es un grupo de unión tetravalente que presenta un grupo éter, un grupo arileno-sulfona o una combinación de un grupo éter y un grupo arileno-sulfona. (Por conveniencia, el término "polieterimida" tal como se usa en la presente memoria incluye polieterimida-sulfonas). Tales grupos de unión incluyen, pero no se limitan a: (a) grupos monocíclicos y policíclicos, saturados, insaturados o aromáticos, sustituidos o no sustituidos que presentan de 5 a 50 átomos de carbono, sustituidos con un grupo éter o una combinación de un grupo éter y un grupo arileno-sulfona; y (b) grupos alquilo saturados o insaturados, lineales o ramificados, sustituidos o no sustituidos que presentan de 2 a 30 átomos de carbono y sustituidos con un grupo éter o una combinación de un

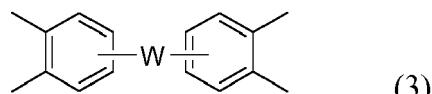
grupo éter y un grupo arileno-sulfona. Las sustituciones adicionales a modo de ejemplo incluyen, pero no se limitan a, amidas, ésteres y combinaciones que comprenden por lo menos uno de los anteriores.

El grupo R en la fórmula (1) incluye, pero no se limita a, grupo orgánico divalente sustituido o no sustituido que presenta de 2 a 20 átomos de carbono tal como: (a) unos grupos hidrocarbonados aromáticos que presentan de 6 a 20 átomos de carbono y derivados halogenados de los mismos; (b) grupos alquíleno de cadena lineal o ramificada que presentan de 2 a 20 átomos de carbono; (c) grupos cicloalquíleno que presentan de 3 a 20 átomos de carbono, o (d) grupos divalentes de fórmula (2)

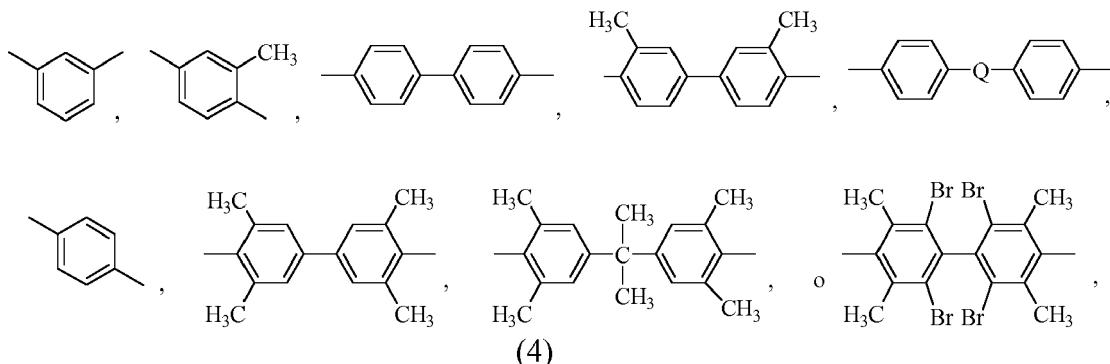


en la que Q¹ incluye, pero no se limita a, un resto divalente tal como -O-, -S-, -C(O)-, -SO₂-, -SO-, -C<sub>y</sub>H<sub>2y</sub>- (siendo y un número entero de desde 1 hasta 5), y derivados halogenados de los mismos, incluyendo grupos perfluoroalquíleno.

En una forma de realización, los grupos de unión V incluyen, pero no se limitan a, grupos aromáticos tetravalentes de fórmula (3)



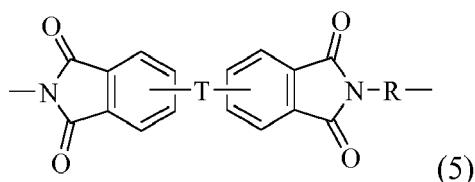
en la que W es un resto divalente seleccionado de -O-, -O-Z-O-, -SO₂- o una combinación de los mismos, en la que los enlaces divalentes del grupo -O-, -O-Z-O- y -SO₂- están en las posiciones 3,3', 3,4', 4,3' o 4,4', y en la que Z es un resto monocíclico o policíclico que presenta de 6 a 24 átomos de carbono y opcionalmente sustituido con de 1 a 6 grupos alquilo C<sub>1-8</sub>, de 1 a 8 átomos de halógeno o una combinación de los mismos, con la condición de que no se supere la valencia de Z. Los ejemplos de grupos Z incluyen, pero no se limitan a, grupos divalentes de fórmulas (4)



en las que Q incluye, pero no se limita a, un resto divalente incluyendo -O-, -S-, -C(O)-, -SO₂-, -SO-, -C<sub>y</sub>H<sub>2y</sub>- (siendo y un número entero de desde 1 hasta 5), y derivados halogenados de los mismos, incluyendo grupos perfluoroalquíleno.

En una forma de realización específica, a es mayor de 1; V es un grupo aromático tetravalente de fórmula (3) en la que W es un resto divalente seleccionado de -O-, -O-Z-O- o una combinación de los mismos, en la que enlaces divalentes del grupo -O- o el -O-Z-O- están en las posiciones 3,3', 3,4', 4,3' o 4,4', y en la que Z es un resto monocíclico o policíclico que presenta de 6 a 24 átomos de carbono y opcionalmente sustituido con de 1 a 8 grupos alquilo C<sub>1-8</sub>, de 1 a 8 átomos de halógeno o una combinación de los mismos; y R se selecciona de un grupo hidrocarbonado aromático que presenta de 6 a 20 átomos de carbono, un derivado halogenado del mismo, un grupo alquíleno de cadena lineal o ramificada que presenta de 2 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquíleno que presenta de 3 a 20 átomos de carbono, o un grupo divalente de la fórmula (2) en la que Q¹ es -O-, -S-, -C(O)-, -SO₂-, -SO-, -C<sub>y</sub>H<sub>2y</sub>-, en la que y es de 1 a 5, y un derivado halogenado de los mismos.

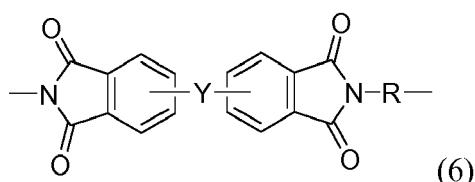
En otra forma de realización específica, la polieterimida comprende más de 1, específicamente de 10 a 1,000, o más específicamente, de 10 a 500 unidades estructurales, de fórmula (5)



en la que T es -O- o un grupo de la fórmula -O-Z-O- en la que los enlaces divalentes del grupo -O- o el -O-Z-O- están en las posiciones 3,3', 3,4', 4,3' o 4,4'; Z es un grupo divalente de fórmula (4) tal como se definió anteriormente; y R es un grupo divalente de fórmula (2) tal como se definió anteriormente. En una forma de realización específica, R es m-fenileno.

En otra forma de realización específica, la polieterimida es polieterimida-sulfona que comprende grupos éter y grupos sulfona en la que por lo menos el 50% en moles de los grupos de unión V y los grupos R en la fórmula (1) comprenden un grupo arileno-sulfona divalente. Por ejemplo, todos los grupos de unión V, pero no los grupos R, pueden contener un grupo arileno-sulfona; o todos los grupos R pero no los grupos de unión V pueden contener un grupo arileno-sulfona; o puede estar presente una arileno-sulfona en alguna fracción de los grupos de unión V y grupos R, con la condición de que la fracción molar total de grupos V y R que contienen un grupo aril-sulfona sea mayor de o igual al 50% en moles.

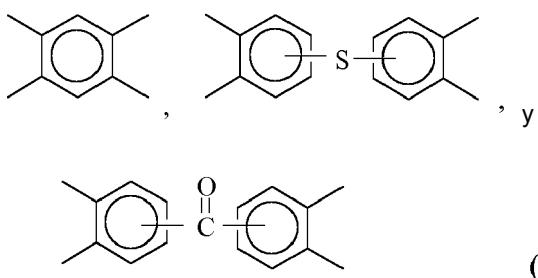
Incluso más específicamente, la polieterimida-sulfona puede comprender más de 1, específicamente de 10 a 1,000, o más específicamente, de 10 a 500 unidades estructurales de fórmula (6)



en la que Y es -O-, -SO<sub>2</sub>-, o un grupo de la fórmula -O-Z-O- en la que los enlaces divalentes del grupo -O-, SO<sub>2</sub>- o -O-Z-O- están en las posiciones 3,3', 3,4', 4,3' o 4,4', en la que Z es un grupo divalente de fórmula (3) tal como se definió anteriormente y R es un grupo divalente de fórmula (2) tal como se definió anteriormente, con la condición de que más del 50% en moles de la suma de moles de Y + moles de R en la fórmula (2) contienen grupos -SO<sub>2</sub>-.

En una forma de realización específica, R es m-fenileno, p-fenileno-diariulsulfona o una combinación de los mismos.

Debe entenderse que las polieterimidas pueden comprender opcionalmente grupos de unión V que no contienen grupos éter o éter y sulfona, por ejemplo grupos de unión de fórmula (7).



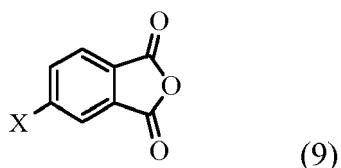
Unidades imida que contienen tales grupos de unión están generalmente presentes en cantidades que oscilan entre el 0 y el 10% en moles del número total de unidades, específicamente del 0 al 5% en moles. En una forma de realización no hay ningún grupo de unión V adicional presente en las polieterimidas. En otra forma de realización específica, la polieterimida comprende de 10 a 500 unidades estructurales de fórmula (5) y la polieterimida-sulfona contiene de 10 a 500 unidades estructurales de fórmula (6).

Las polieterimidas pueden prepararse mediante diversos métodos, incluyendo, pero sin limitarse a, la reacción de una bis(ftalimida) de fórmula (8):



en la que R es tal como se describió anteriormente y X es un grupo nitro o un halógeno. Pueden formarse bisftalimidas de fórmula (8), por ejemplo, mediante la condensación del anhídrido correspondiente de fórmula (9)

5



en la que X es un grupo nitro o halógeno, con una diamina orgánica de la fórmula (10)

10



en la que R es tal como se describió anteriormente.

Los ejemplos ilustrativos de compuestos de amina de fórmula (10) incluyen: etilendiamina, propilendiamina, trimetilendiamina, dietilentriamina, trietilentetramina, hexametilendiamina, heptametilendiamina, octametilendiamina, nonametilendiamina, decametilendiamina, 1,12-dodecanodiamina, 1,18-octadecanodiamina, 3-metilheptametilendiamina, 4,4-dimetilheptametilendiamina, 4-metilnonametilendiamina, 5-metilnonametilendiamina, 2,5-dimetilhexametilendiamina, 2,5-dimetilheptametilendiamina, 2,2-dimetilpropilendiamina, N-metil-bis(3-aminopropil)amina, 3-metoxihexametilendiamina, 1,2-bis(3-aminopropoxi)etano, bis(3-aminopropil)sulfuro, 1,4-ciclohexanodiamina, bis-(4-aminociclohexil)metano, m-fenilenodiamina, p-fenilenodiamina, 2,4-diaminotolueno, 2,6-diaminotolueno, m-xilendiamina, p-xilendiamina, 2-metil-4,6-dietil-1,3-fenileno-diamina, 5-metil-4,6-dietil-1,3-fenileno-diamina, bencidina, 3,3'-dimetilbencidina, 3,3'-dimetoxibencidina, 1,5-diaminonafáteno, bis(4-aminofenil)metano, bis(2-cloro-4-amino-3,5-dietilfenil)metano, bis(4-aminofenil)propano, 2,4-bis(b-amino-t-butil)tolueno, bis(p-b-amino-t-butilfenil) éter, bis(p-b-metil-aminofenil)benceno, bis(p-b-metil-o-aminopentil)benceno, 1,3-diamino-4-isopropilbenceno, bis(4-aminofenil) éter y 1,3-bis(3-aminopropil)tetrametildisíloxano. Pueden utilizarse mezclas de estas aminas. Los ejemplos ilustrativos de compuestos de amina de fórmula (10) que contienen grupos sulfona incluyen, pero no se limitan a, diaminodifenilsulfona (DDS) y bis(aminofenoxifenil)sulfonas (BAPS). Pueden utilizarse combinaciones que comprenden cualquiera de las aminas anteriores.

25

Específicamente, las polieterimidas pueden sintetizarse mediante la reacción de la bis(ftalimida) de fórmula (8) con una sal de metal alcalino de un hidrocarburo aromático sustituido con dihidroxilo de la fórmula HO-V-OH en la que V es tal como se describió anteriormente, en presencia o ausencia de un catalizador de transferencia de fase. Se dan a conocer catalizadores de transferencia de fase adecuados en la patente estadounidense n.º 5,229,482.

30

Específicamente, el hidrocarburo aromático sustituido con dihidroxilo es un bisfenol tal como bisfenol A o puede utilizarse una combinación de una sal de metal alcalino de un bisfenol y una sal de metal alcalino de otro hidrocarburo aromático sustituido con dihidroxilo.

35

En una forma de realización, las polieterimidas comprenden unidades estructurales de fórmula (5) en la que cada R es independientemente p-fenileno o m-fenileno o una mezcla que comprende por lo menos uno de los anteriores; y T es grupo de la fórmula -O-ZO- en la que los enlaces divalentes del grupo -O-Z-O- están en las posiciones 3,3', 3,4' y/o 4,4', y Z es grupo 2,2-difenilenopropano (un grupo bisfenol A). Además, la polieterimida-sulfona comprende unidades estructurales de fórmula (6) en la que por lo menos el 50% en moles de los grupos R son de fórmula (4) en la que Q es  $\text{-SO}_2^-$  y los grupos R restantes son independientemente p-fenileno o m-fenileno o una combinación que comprende por lo menos uno de los anteriores; y T es grupo de la fórmula -O-Z-O- en la que los enlaces divalentes del grupo -O-Z-O- están en las posiciones 3,3', y Z es un grupo 2,2-difenilenopropano.

40

Pueden utilizarse una polieterimida sin grupos sulfona y una polieterimida-sulfona solas o en combinación. En una forma de realización, sólo se utiliza una polieterimida sin grupos sulfona. En otra forma de realización, la razón en peso de polieterimida sin grupos sulfona:polieterimida-sulfona puede ser de desde 99:1 hasta 50:50.

45

Las polieterimidas presentan un peso molecular promedio en peso (Mw) de 20,000 a 400,000 Dalton según se mide mediante cromatografía de permeación en gel (GPC) utilizando patrones de poliestireno. En algunas formas de realización el Mw puede ser de 10,000 a 80,000 Dalton.

50

55

Las polieterimidas pueden presentar una viscosidad intrínseca mayor de o igual a 0.2 decilitros por gramo (dl/g) según se mide en m-cresol a 25°C. Dentro de este intervalo la viscosidad intrínseca puede ser de 0.35 a 1.0 dl/g, según se mide en m-cresol a 25°C.

- 5 Las polieterimidas presentan una temperatura de transición vítrea de más de 135°C, o mayor de 150°C, por ejemplo de 135°C a 500°C, según se mide utilizando calorimetría diferencial de barrido (DSC) según la prueba D3418 de ASTM. En algunas formas de realización la polieterimida, y en particular una polieterimida, presenta una temperatura de transición vítrea de 135°C a 350°C.
- 10 Las polieterimidas pueden presentar un peso molecular que oscila entre 20,000 y 60,000 promedio en peso, basándose en un patrón de poliestireno.

Las polieterimidas pueden presentar un índice de flujo del fundido de 1 a 80 gramos por 10 minutos (g/10 min), según se mide mediante la Sociedad americana para pruebas y materiales (ASTM) D1238-04 a de 295 a 370°C, 15 utilizando un peso de 6.7 kilogramos (kg).

En el contexto de la presente memoria se ha descubierto que con el fin de producir las películas libres de arrugas, particularmente en forma de rodillo tal como se describe a continuación, las composiciones de formación de película de polieterimida (y por tanto las películas) contienen menos del 5% en peso de flúor, específicamente 20 menos del 4% en peso, menos del 3% en peso, menos del 2% en peso, menos del 1% en peso, cada uno basado en el peso total de la composición. Tal como se muestra en los ejemplos la presencia de flúor tiende a disminuir la resistencia de ruptura dieléctrica del polímero y de la película correspondiente fabricada a partir del polímero.

Por tanto, las composiciones de formación de película de polieterimida y las películas contienen menos de 25 1000 ppm, específicamente menos de 750 ppm, menos de 500 ppm o menos de 50 ppm en peso de un compuesto que contiene flúor. En una forma de realización, no está presente ningún compuesto que contiene flúor en la composición de formación de película. Tales compuestos incluyen, sin limitación, determinados agentes de liberación molar, cargas (por ejemplo, PTFE particulado) o retardantes de la llama.

De manera similar, se ha encontrado que con el fin de producir las películas libres de arrugas, particularmente en forma de rodillo tal como se describe a continuación, las composiciones de formación de película de polieterimida (y por tanto las películas) contienen menos de 30 1000 ppm, específicamente menos de 750 ppm, menos de 500 ppm o menos de 50 ppm en peso de un compuesto de silicona. En una forma de realización, no está presente ninguno 35 compuesto de silicona en la composición de formación de película o la película. Tales compuestos de silicona incluyen, sin limitación, aceites de silicona y polidimetil-siloxanos.

Incluso más específicamente, las composiciones de formación de película de polieterimida y las películas contienen 40 menos de 1000 ppm, específicamente menos de 750 ppm, menos de 500 ppm o menos de 50 ppm en peso tanto de un compuesto que contiene flúor como de un compuesto de silicona. En una forma de realización, no está presente ningún compuesto que contiene flúor ni ningún compuesto de silicona en las composiciones de formación de película o las películas.

Se obtienen buenas propiedades eléctricas cuando las composiciones de formación de película de polieterimida y las películas contienen niveles bajos de determinados iones metálicos. Por tanto, las composiciones de formación 45 de película y las películas contienen menos de 50 ppm, específicamente menos de 40 ppm, 30 ppm o 20 ppm en peso de cada uno de aluminio, calcio, magnesio, hierro, níquel, potasio, manganeso, molibdeno, sodio, titanio y cinc.

En algunas formas de realización se desea utilizar composiciones de formación de película de polieterimida y 50 películas que están esencialmente libres de bromo y cloro. "Esencialmente libres" de bromo y cloro significa que la composición presenta menos del 3% en peso de bromo y cloro, y en otras formas de realización menos del 1% en peso de bromo y cloro en peso de la composición de formación de película. En otras formas de realización, la composición está libre de halógeno. "Libre de halógeno" se define como que presenta un contenido en halógeno (cantidad total de flúor, bromo, cloro y yodo) de menos de o igual a 1000 partes en peso de halógeno por millón de 55 partes en peso de la composición total (ppm). La cantidad de halógeno puede determinarse mediante análisis químico habitual tal como absorción atómica.

Las composiciones de formación de película de polieterimida pueden comprender además opcionalmente una o más cargas particuladas para ajustar las propiedades de las mismas, por ejemplo constante dieléctrica, coeficiente 60 de dilatación térmica y similares. Las cargas particuladas a modo de ejemplo incluyen polvo de sílice, tal como sílice fundida y sílice cristalina; polvo de nitruro de boro y polvos de silicato de boro; alúmina, y óxido de magnesio (o magnesia); esferas de silicato; carbonilla; cenoesferas; aluminosilicato (armoesferas); arena de sílice natural; cuarzo; cuarcita; óxido de titanio, titanato de bario, bario-estroncio, pentaóxido de tántalo, trípoli; tierra de diatomeas; sílice sintética; y combinaciones de las mismas. Todas las cargas anteriores pueden tratarse en superficie con silanos para mejorar la adhesión y dispersión con la resina de matriz polimérica. Cuando está 65 presente, la cantidad de carga particulada en las composiciones de formación de película de polieterimida puede

variar ampliamente, y es aquella cantidad eficaz para proporcionar las propiedades físicas deseadas. En algunos casos, la carga particulada está presente en una cantidad de desde el 0.1 hasta el 50% en vol., del 0.1 al 40% en vol., alternativamente del 5 al 30% en vol., más particularmente del 5 al 20% en vol., cada uno basado en el peso total de la composición de formación de película.

5 Las composiciones de formación de película de polieterimida pueden incluir diversos aditivos incorporados en composiciones de polímero de sustrato dieléctrico, con la condición de que los aditivos se seleccionen para no proporcionar más del 5% en peso de flúor, más de 1000 ppm en peso de una silicona, o de otro modo no afectar significativamente de manera adversa a las propiedades deseadas de las composiciones. En una forma de realización, cualquier aditivo está presente en una cantidad que proporciona menos de 1,000 ppm de un compuesto que presenta un peso molecular de menos de 250 Dalton. Los aditivos a modo de ejemplo incluyen antioxidantes, estabilizadores térmicos, estabilizadores frente a la luz, aditivos de absorción de luz ultravioleta (UV), agentes de extinción, plastificantes, lubricantes, agentes antiestáticos, retardantes de la llama, agentes antigoteo y estabilizadores frente a la radiación. Pueden utilizarse combinaciones de aditivos. Los aditivos anteriores (excepto cualquier carga) están generalmente presentes de manera individual en una cantidad de desde el 0.005 hasta el 20% en peso, específicamente del 0.01 al 10% en peso, basándose en el peso total de la composición de formación de película.

20 Los antioxidantes adecuados pueden ser compuestos tales como fosfitos, fosfonitos y fenoles impedidos o mezclas de los mismos. Los estabilizadores que contienen fósforo incluyendo fosfitos de triarilo y fosfonatos de arilo son aditivos útiles. Asimismo pueden no sembrarse compuestos que contienen fósforo difuncionales. Los estabilizadores preferidos pueden presentar un peso molecular mayor de o igual a 300. Algunos compuestos a modo de ejemplo son fosfito de tris-di-terc-butilfenilo disponible de Ciba Chemical Co. como IRGAPHOS 168 y difosfito de bis(2,4-dicumilfenil)pentaeritritol disponible comercialmente de Dover Chemical Co. como DOVERPHOS S-9228.

30 Los ejemplos de fosfitos y fosfonitos incluyen: fosfito de trifenilo, fosfitos de difenilo y alquilo, fosfitos de fenilo y dialquilo, fosfito de tris(nonilfenilo), fosfito de trilauro, fosfito de trioctadecilo, difosfito de diestearilpentaeritritol, fosfito de tris(2,4-di-terc-butilfenilo), difosfito de diisodecilelpentaeritritol, difosfito de bis(2,4-di-terc-butilfenil)pentaeritritol, difosfito de bis(2,6-di-terc-butil-4-metilfenil)-pentaeritritol, difosfito de diisodecilexpentaeritritol, difosfito de bis(2,4-di-terc-butil-6-metilfenil)pentaeritritol, difosfito de bis(2,4,6-tris(terc-butilfenil)pentaeritritol, tri-fosfito de triestearilsorbitol, difosfonito de tetrakis(2,4-di-terc-butil-fenil)-4,4'-bifenileno, fosfito de bis(2,4-di-terc-butil-6-metilfenilo) y metilo, fosfito de bis(2,4-di-terc-butil-6-metilfenilo) y etilo, 2,2',2"-nitril[fosfito de trietyl-tris(3,3',5,5'-tetra-terc-butil-1,1'-bifenil-2,2'-diil)], fosfito de 2-ethylhexil(3,3',5,5'-tetra-terc-butil-1,1'-bifenil-2,2'-diilo) y 5-butil-5-etyl-2-(2,4,6-tri-terc-butilfenoxi)-1,3,2-dioxafosfirano.

35 Se contempla combinaciones que comprenden más de un compuesto de organofósforo. Cuando se usan en combinación los compuestos de organofósforo pueden ser del mismo tipo o de tipos diferentes. Por ejemplo, una combinación puede comprender dos fosfitos o una combinación puede comprender un fosfito y un fosfonito. En algunas formas de realización, estabilizadores que contienen fósforo con un peso molecular mayor de o igual a 300 son útiles. Los estabilizadores que contienen fósforo, por ejemplo un fosfito de arilo, están habitualmente presentes en la composición en una cantidad de desde el 0.005 hasta el 3% en peso, específicamente del 0.01 al 1.0% en peso, basándose en el peso total de la composición.

40 45 Asimismo pueden utilizarse fenoles impedidos como antioxidantes, por ejemplo monofenoles alquilados, y bisfenoles alquilados o polifenoles. Los monofenoles alquilados a modo de ejemplo incluyen 2,6-di-terc-butil-4-metilfenol; 2-terc-butil-4,6-dimetilfenol; 2,6-di-terc-butil-4-etilfenol; 2,6-di-terc-butil-4-n-butilfenol; 2,6-di-terc-butil-4-isobutilfenol; 2,6-diciclopentil-4-metilfenol; 2-(alfa-metilciclohexil)-4,6-dimetilfenol; 2,6-dioctadecil-4-metilfenol; 2,4,6-triciclohexilfenol; 2,6-di-terc-butil-4-metoximetilfenol; nonilfenoles que son lineales o ramificados en las cadenas laterales, por ejemplo, 2,6-di-nonil-4-metilfenol; 2,4-dimetil-6-(1'-metilundec-1'-il)fenol; 2,4-dimetil-6-(1'-metilheptadec-1'-il)fenol; 2,4-dimetil-6-(1'-metiltridec-1'-il)fenol y mezclas de los mismos. Los alquiliden-bisfenoles a modo de ejemplo incluyen 2,2'-metilenbis(6-terc-butil-4-metilfenol), 2,2'-metilenbis(6-terc-butil-4-ethylfenol), 2,2'-metilenbis[4-metil-6-(alfa-metilciclohexil)-fenol], 2,2'-metilenbis(4-metil-6-ciclohexilfenol), 2,2'-metilenbis(6-nonil-4-metilfenol), 2,2'-metilenbis(4,6-di-terc-butilfenol), 2,2'-etilidenbis(4,6-di-terc-butilfenol), 2,2'-etilidenbis(6-terc-butil-4-isobutilfenol), 2,2'-metilenbis[6-(alfa-metilbencil)-4-nonilfenol], 2,2'-metilenbis[6-(alfa,alfa-dimetilbencil)-4-nonilfenol], 4,4'-metilenbis-(2,6-di-terc-butilfenol), 4,4'-metilenbis(6-terc-butil-2-metilfenol), 1,1-bis(5-terc-butil-4-hidroxi-2-metilfenil)butano, 2,6-bis(3-terc-butil-5-metil-2-hidroxibencil)-4-metilfenol, 1,1,3-tris(5-terc-butil-4-hidroxi-2-metilfenil)butano, 1,1-bis(5-terc-butil-4-hidroxi-2-metil-fenil)-3-n-dodecilmercaptopbutano, bis[3,3-bis(3'-terc-butil-4'-hidroxifenil)butirato] de etilenglicol, bis(3-terc-butil-4-hidroxi-5-metilfenil)diciclopentadieno, bis[2-(3'-terc-butil-2'-hidroxi-5'-metilbencil)-6-terc-butil-4-metilfenil]tereftalato, 1,1-bis-(3,5-dimetil-2-hidroxifenil)butano, 2,2-bis-(3,5-diterc-butil-4-hidroxifenil)propano, 2,2-bis-(5-terc-butil-4-hidroxi2-metilfenil)-4-n-dodecilmercaptopbutano, 1,1,5,5-tetra-(5-terc-butil-4-hidroxi-2-metilfenil)pentano y mezclas de los mismos.

50 55 60 65 El compuesto de fenol impedido puede presentar un peso molecular de más de o igual a 300 g/mol. El alto peso molecular puede ayudar a retener el resto de fenol impedido en la masa fundida de polímero a altas temperaturas de procesamiento, por ejemplo mayores de o iguales a 300°C. Los estabilizadores de fenol impedido, están

habitualmente presentes en la composición en una cantidad de desde el 0.005 hasta el 2% en peso, específicamente del 0.01 al 1.0% en peso, basándose en el peso total de la composición.

- 5 En algunas formas de realización, las composiciones de formación de película de polieterimida pueden incluir opcionalmente además por lo menos un polímero amorfó adicional, de nuevo con la condición de que los polímeros se seleccionen para no proporcionar más del 5% en peso de flúor o silicio, o de otro modo no afectar significativamente de manera adversa a las propiedades deseadas de las composiciones. Los ejemplos de tales polímeros adicionales incluyen, y no se limitan a, polifenilensulfonas, polisulfonas, polietersulfonas, poli(arileno-sulfona), poliéteres de fenileno), policarbonatos (homopolímeros de policarbonato, copolímeros de policarbonato, 10 por ejemplo copolímeros de poliestercarbonato) así como combinaciones y copolímeros de los mismos. Cuando está presente, el polímero se usa en una cantidad de desde más del 0 hasta el 12% en peso, específicamente del 0.1 al 10% en peso, más específicamente desde el 0.5 hasta el 5% en peso, todos ellos basándose en el peso total de la composición. En una forma de realización, no está presente ningún polímero distinto de la polieterimida 15 en la composición de formación de película.
- 15 Las composiciones de formación de película de polieterimida pueden prepararse combinando los componentes en condiciones para la formación de una combinación íntima. Tales condiciones incluyen con frecuencia mezclados en fundido en prensas extrusoras de tipo de un único o de doble husillo, cuenco de mezclado o dispositivos de mezclado similares que pueden aplicar cizalladura a los componentes. Con frecuencia se prefieren prensas extrusoras de doble husillo debido a su capacidad de mezclado más intensa y capacidad de auto-limpieza, con respecto a prensas extrusoras de un único husillo. Con frecuencia resulta ventajoso aplicar un vacío a la combinación a través de por lo menos un orificio de ventilación en la prensa extrusora para eliminar impurezas volátiles en la composición. Con frecuencia resulta ventajoso secar la polieterimida (y/u otros aditivos) antes del fundido. El procesamiento en fundido se realiza con frecuencia a de 290°C a 340°C para evitar una degradación excesiva del polímero mientras que todavía se permite una fusión suficiente como para obtener una mezcla de polímero íntima libre de cualquier componente sin cinta. La combinación de polímero asimismo puede filtrarse en estado fundido utilizando un filtro de tamiz o de candela de 40 a 100 micrómetros para eliminar manchas negras no deseables u otros contaminantes heterogéneos, por ejemplo cualquier partícula que presente un diámetro de 20 más de 1 micrómetro.
- 20 En un procedimiento a modo de ejemplo, los diversos componentes se colocan en una mezcladora por extrusión para producir una hebra continua que se enfriá y después se corta para dar gránulos. En otro procedimiento, los componentes se mezclan mediante combinación en seco y después se funden en un molino y se tritura, o se extruden y se corta. La composición y cualquier componente opcional asimismo pueden mezclarse y extrudirse 25 directamente para formar una película. En una forma de realización, todos los componentes se desprenden de tanta agua como sea posible. Además, se lleva a cabo la combinación para garantizar que el tiempo de residencia en la máquina es corto, se controla cuidadosamente la temperatura, se utiliza el calor por fricción y se obtiene una combinación íntima entre los componentes.
- 30 En la composición puede extrudirse utilizando prensas extrusoras convencionalmente utilizadas para composiciones termoplásticas utilizando una hilera plana. El método de película colada por extrusión implica la fusión del polímero en una prensa extrusora, el transporte del polímero fundido a través de una hilera plana con una separación de hueco entre labios pequeña, el estiramiento de la película a velocidades de captación relativamente altas y el enfriamiento/solidificación del polímero para formar la película final. La prensa extrusora puede ser de un diseño 35 de un único o de doble husillo, y asimismo puede utilizarse una bomba de fusión para proporcionar un flujo constante, no pulsante, de polímero a través de la hilera. El hueco entre labios de hilera puede ser de tan sólo 100 a 200 micrómetros, y los rodillos de captación pueden funcionar a velocidades de hasta 200 m/min. El diseño asimismo puede incluir la adición de un rodillo calentado para templar/recocer la película y por tanto minimizar la aparición de esfuerzos internos por congelación. Con frecuencia se recortan los bordes de la película, y la película 40 se enrolla sobre un rodillo utilizando un mecanismo de enrollado controlado por tensión. En algunos casos, pueden dispersarse uniformemente cargas comerciales y/o experimentalmente funcionalizadas en el polímero antes del estiramiento del material compuesto para dar una película delgada. En estos casos, la combinación de la carga en la matriz polimérica para obtener una dispersión uniforme puede realizarse en una prensa extrusora independiente o alternativamente, y más preferentemente, en la misma prensa extrusora utilizada para realizar la fusión del polímero 45 antes de la operación de estiramiento. La precisión del suministro de un flujo constante y uniforme de polímero fundido a través de la hilera, las propiedades reológicas del polímero utilizado para producir la película, la limpieza tanto de la resina como del equipo, y las características mecánicas del mecanismo de captación contribuirán todos ellos a la preparación satisfactoria de estas películas extrudidas que presentan un grosor relativamente pequeño.
- 50 En una forma de realización, el método de película de colada por extrusión es en una etapa, ajustable a escala a equipos de tamaño mayor y no requiere la utilización de ningún disolvente. Incluso para el caso de polímeros de alto peso molecular y/o alta temperatura de transición vítrea, este procedimiento de extrusión puede diseñarse apropiadamente para proporcionar un entorno para el polímero que no conduce a temperaturas excesivas que 55 puedan provocar la degradación térmica o mecánica del material. La utilización de un dispositivo de filtración para la masa fundida produce una película que está prácticamente libre de contaminantes, tales como geles y manchas
- 60

negras, que dañarían el rendimiento dieléctrico de estas películas si no se eliminan apropiadamente de la masa fundida. Las películas producidas mediante este método son delgadas (10 micrómetros de grosor e incluso más delgadas), de grosor uniforme a través de la banda, planas con casi ninguna arruga u ondulación de superficie, y relativamente libres de contaminación.

- 5 La composición fundida puede transportarse a través de la hilera de prensa extrusora utilizando una bomba de fusión. En una forma de realización, la película se extrude a temperaturas de desde 250°C hasta 500°C, por ejemplo de 300°C a 450°C, y la película extrudida se estira de manera uniaxial para producir la película de sustrato dieléctrico. Específicamente, los componentes de la composición de formación de película se combinan, se funden y se mezclan íntimamente, después se filtran para eliminar partículas mayores de 1 micrómetro; se extruden a través de una hilera plana a las temperaturas anteriores; y después se estiran de manera uniaxial. Tras el estiramiento, la película puede metalizarse directamente tal como se describe a continuación, o enrollarse en un rodillo de captación para su almacenamiento o envío. La película puede presentar una longitud de por lo menos 10 o de 100 a 10,000 metros, y una anchura de por lo menos 300 o de 300 a 3,000 milímetros. La tasa a la que puede extrudirse la película puede variar. En formas de realización comerciales, la tasa a la que puede extrudirse la película oscila entre 10 lb (4.5 kg/h) y 1000 lb/h (500 kg/h). La tasa a la que puede tirarse de la película a partir de la placa de hilera de la prensa extrusora (la velocidad de captación) puede oscilar entre 10 metros/minuto y 300 metros/minuto.
- 10 20 Las películas pueden metalizarse en por lo menos un lado de las mismas. Puede utilizarse una variedad de metales dependiendo del uso previsto de la película, por ejemplo cobre, aluminio, plata, oro, níquel, cinc, titanio, cromo, vanadio y otros. Las películas se metalizan por lo menos en el lado liso, es decir, el lado que presenta una Ra de menos de +/-3% según se determina mediante perfilometría óptica. Se conocen métodos para la metalización de películas de polímero, e incluyen, por ejemplo, deposición de metal en fase de vapor a vacío, pulverización de metal, tratamientos con plasma, tratamientos con haz de electrones, reacciones químicas de oxidación o reducción, así como deposición química en estado húmedo sin corriente eléctrica. Las películas pueden metalizarse en ambos lados mediante chapado sin corriente eléctrica convencional. En otra forma de realización, puede formarse una capa de metal con patrón en una superficie de la película, por ejemplo mediante impresión por chorro de tinta. El grosor de la capa metalizada está determinado por la utilización prevista de la película metalizada, y puede ser, por ejemplo, de 1 Angstrom a 1000 nanómetros, 500 nanómetros o 10 nanómetros. En una forma de realización, el grosor del metal película puede ser de 1 a 3000 Angstrom, de 1 a 2820 Angstrom, de 1 a 2000 Angstrom, o de 1 a 1000 Angstrom. Si se utiliza un metal conductor, la resistividad de la capa de metal en la película de polímero puede ser de desde 0.1 hasta 1000 Ohm por cuadrado, o de 0.1 a 100 Ohm por cuadrado.
- 15 30 35 40 45 50 55 60 65
- La superficie de la película que va a metalizarse puede tratarse previamente, por ejemplo mediante lavado, tratamiento con llama, descarga de plasma, descarga de corona o similares, por ejemplo para potenciar la adhesión de la capa de metal. Pueden depositarse una o más capas adicionales en la capa de metal, por ejemplo un recubrimiento transparente (tal como a polí(metacrilato de metilo) o polí(metacrilato de etilo) para proporcionar resistencia al rayado), u otra capa de la película de polieterimida para formar una estructura laminada.
- Las películas y películas metalizadas así producidas presentan una variedad de propiedades físicas ventajosas. Las películas presentan por lo menos una zona que está libre de arrugas, es decir, es lo suficientemente plana y lisa de modo que cuando se metaliza una superficie de la misma, la película metalizada presenta una morfología de superficie ventajosamente sistemática. En una forma de realización, la resistencia de ruptura de la película sin metalizar es de por lo menos 300 voltios/micrómetro, alternativamente por lo menos 350 voltios/micrómetro, alternativamente por lo menos 400 voltios/micrómetro. En una forma de realización, la resistencia de ruptura de la película sin metalizar puede ser de hasta 520, 530, 540, 550, 560, 570, 580, 590, 600, 610, 620, 630, 640 y 650 voltios/micrómetro.
- El carácter plano de las regiones libres de arrugas de las películas puede determinarse midiendo la variación del grosor de la película a lo largo de un área específica. En este caso, las películas planas presentan una variación del grosor de la película de más o menos (+/-) el 10% o menos, alternativamente +/-9% o menos, +/-8% o menos, +/-6% o menos, o +/-5%, +/-4%, +/-3%, +/-2%, +/-1% o menos, basándose en el grosor promedio de la película a lo largo del área medida. En una forma de realización, la variación del grosor puede ser de tan sólo +/-1%.
- El carácter liso de las regiones libres de arrugas de una superficie de las películas puede cuantificarse midiendo el promedio de rugosidad de superficie ("Ra") de la superficie mediante perfilometría óptica. En este caso, las regiones libres de arrugas de las películas presentan una superficie que presenta una Ra de menos de +/-3%, menos de +/-2%, o de tan sólo +/- 1% del grosor promedio de la película según se mide mediante perfilometría óptica.

En una característica particularmente ventajosa, las regiones libres de arrugas pueden producirse a lo largo de una gran área de la película. Por ejemplo, por lo menos el 80%, por lo menos el 85%, por lo menos el 90%, por lo menos el 95%, o por lo menos el 97% del área de la película puede ser libre de arrugas. En otra forma de realización, la zona libre de arrugas puede presentar un área contigua de por lo menos 1 metro cuadrado ( $m^2$ ), por lo menos 2  $m^2$ , por lo menos 3  $m^2$ , por lo menos 5  $m^2$ , por lo menos 10  $m^2$ , por lo menos 20  $m^2$ , por lo menos 50

- 5           m<sup>2</sup> o por lo menos 100 m<sup>2</sup>. El gran tamaño de las regiones libres de arrugas ofrece una ventaja de fabricación significativa, ya que las películas metalizadas pueden fabricarse, almacenarse y enviarse en forma de rodillo. Por tanto, la película puede presentar una longitud de por lo menos 10 metros y una anchura de por lo menos 300 milímetros, en la que por lo menos el 80%, por lo menos el 85%, por lo menos el 90%, por lo menos el 95% o por lo menos el 97% del área de la película es la zona libre de arrugas. En otra forma de realización, la película presenta una longitud de 100 a 10,000 metros, y una anchura de 300 a 3,000 milímetros, en la que por lo menos el 80%, por lo menos el 85%, por lo menos el 90%, por lo menos el 95% o por lo menos el 97% del área de la película es la zona libre de arrugas.
- 10          La composición y el método de fabricación pueden hacerse variar para lograr las propiedades de rendimiento deseadas, en particular propiedades eléctricas.
- 15          Las películas pueden presentar una constante dieléctrica alta, en particular mayor de 2.7, mayor de 3.0 o mayor de 3.2, 3.3, 3.4, 4.2, 4.3, 4.4 o 4.5, hasta 7.0.
- 20          Las películas pueden presentar además una constante dieléctrica que es estable hasta la Tg del polímero a partir del cual se fabrican. Generalmente, las películas se utilizan en entornos a una temperatura que es inferior a la Tg respectiva del polímero de la película, por ejemplo aproximadamente 20°C inferior. En una forma de realización, las películas pueden presentar además una constante dieléctrica que es estable hasta 100°C, hasta 120°C, hasta 140°C o hasta 150°C, o superior hasta 200°C o 310°C.
- 25          Las películas y las películas metalizadas pueden estar esencialmente libres de disolvente, es decir, contienen menos de 1,000 ppm, menos de 750 ppm, menos de 500 ppm o menos de 250 ppm de un compuesto que presenta un peso molecular de menos de 250 Dalton.
- 30          Las películas y las películas metalizadas pueden presentar menos de 50 ppm, menos de 25 ppm o menos de 10 ppm de cada uno de aluminio, calcio, magnesio, hierro, níquel, potasio, manganeso, molibdeno, sodio, titanio y cinc en la capa de polieterimida.
- 35          Las películas y las películas metalizadas pueden no presentar ninguna mancha o gel observable a lo largo de un área de por lo menos 3 metros cuadrados, o a lo largo de un área de por lo menos 9 metros cuadrados cuando se observa a una distancia de 0.3 metros sin aumento.
- 40          Las películas y las películas metalizadas pueden no presentar ningún hueco observable a lo largo de un área de por lo menos 3 metros cuadrados, o a lo largo de un área de por lo menos 9 metros cuadrados cuando se observa a un aumento de 50x.
- 45          Las películas metalizadas pueden presentar un factor de disipación, según se mide mediante espectroscopía dieléctrica, que oscila entre más del 0 y menos del 5%, alternativamente más del 0 y menos del 4%, alternativamente más del 0 y menos del 3%, alternativamente más del 0 y menos del 2%, alternativamente más del 0 y menos del 1%. En una forma de realización, las películas presentan un bajo factor de disipación, es decir, menos del 0.1% o menos del 0.08%.
- 50          Las películas de polieterimida pueden utilizarse en cualquier aplicación de película amorfá, pero son particularmente adecuadas para la metalización. Las películas metalizadas pueden utilizarse en cualquier aplicación de película metalizada, pero son particularmente adecuadas para aplicaciones eléctricas, por ejemplo como condensadores o materiales de circuito. Pueden realizarse condensadores no polares de alta densidad de energía, alta tensión, utilizando una película de polímero metalizada que se enrolla para dar una forma cilíndrica. En una forma de realización específica, la película de polieterimida se extrude, después se metaliza pulverizando un metal conductor tal como cobre o aluminio sobre la película de polímero en movimiento mediante deposición en fase de vapor en una cámara de vacío, hasta un grosor de desde 1 Angstrom hasta 1000 nanómetros, de 1 a 3000 Angstrom, o de 1 a 1000 Angstrom. La resistividad del metal sobre la película de polímero puede estar en un intervalo de desde aproximadamente 0.1 Ohm por cuadrado hasta 100 Ohm por cuadrado. Antes de realizarse el procedimiento de metalización, puede enmascararse de manera apropiada la película de polímero para proporcionar márgenes no metalizados en los bordes de la anchura de la película, de modo que capas alternantes de película metalizada (cuando se ensambla el condensador) presentan regiones sin metalizar en bordes opuestos para prevenir el cortocircuito eléctrico de los electrodos del condensador cuando se aplica en última instancia la metalización final.
- 65          Los condensadores pueden fabricarse entonces mediante laminación de dos películas de polímero metalizadas apiladas para dar una forma tubular. Se conectan cables eléctricos a cada capa de metal. En una forma de realización específica, se colocan dos rodillos independientes de la película metalizada en un enrollador de

condensador y se enrollan juntos de manera apretada sobre un mandril (que posteriormente puede retirarse) de modo que las capas se disponen en la secuencia polieterimida/capa metalizada/polieterimida/capa metalizada, para copiar una construcción típica de un condensador, es decir, un material dieléctrico con dos capas metálicas en lados opuestos. Los dos rodillos de película se enrollan con los márgenes sin metalizar en lados opuestos.

- 5 El grado de enrollado del condensador depende del tamaño físico del condensador deseado o de la capacitancia deseada. Un enrollado apretado de los dos rodillos ayuda a eliminar cualquier aire atrapado que de lo contrario puede provocar una ruptura prematura. Pueden procesarse condensadores individuales en un entorno de sala limpia por lo menos de clase 100, que incorpora filtros HEPA, para reducir la probabilidad de contaminación del 10 punto de contacto entre las capas de película dieléctricas con partículas extrañas así como reducir la captación de humedad en el material dieléctrico. Puede utilizarse enrollado eléctrico para mantener mejor una tensión uniforme 15 en cada condensador. Entonces puede sujetarse entonces con cinta en los bordes del mismo y atarse con correa en una bandeja abierta en ambos lados, para prevenir el desenrollado de las capas de película y para permitir que los bordes o extremos del cilindro se pulvericen con un elemento conductor, por ejemplo con una aleación para 20 soldar con alto contenido en cinc seguido por una aleación para soldar por pulverización final más suave regular con del 90% de estaño, el 10% de cinc. La primera pulverización raspa la superficie metalizada y crea un valle para lograr un mejor contacto con la metalización en la película dieléctrica. La combinación de pulverizaciones finales ayuda adicionalmente a una mejor adhesión por contacto con el acabado final. Posteriormente, pueden 25 soldarse entonces cables conductores, por ejemplo de aluminio, sobre cada extremo para formar el acabado final.
- 20 Un acabado puede soldarse por puntos a la parte inferior de la lata, mientras que el otro acabado puede soldarse en paralelo a la tapa. El condensador se rellena con un material de impregnación líquido (por ejemplo, isopropilfenilsulfona), en un aparato de llenado a vacío, y se cierra.

25 En otra forma de realización, la invención se refiere a un artículo electrónico que comprende los condensadores fabricados a partir de película extrudida, estirada de manera uniaxial, metalizada, enrollada.

30 Otras configuraciones de condensador son posibles. Por ejemplo, el condensador puede presentar una configuración plana que comprende por lo menos un primer y un segundo electrodo dispuestos en una configuración apilada; y la película de polieterimida dispuesta entre y por lo menos en contacto parcial con cada uno de los electrodos primero y segundo. Pueden estar presentes películas de polieterimida y capas de electrodo adicionales en capas alternantes. Por tanto, un artículo de múltiples capas para formar un dispositivo electrónico 35 está dentro del alcance de las presentes reivindicaciones, que comprende una capa de polieterimida/capa de metal/capa dieléctrica, en el que la capa dieléctrica puede ser una película de polieterimida tal como se describe en la presente memoria, u otro material dieléctrico. Opcionalmente pueden estar presentes capas adicionales (por ejemplo, capas dieléctricas/de metal alternantes adicionales).

40 Los siguientes ejemplos se incluyen para proporcionar orientación adicional para los expertos en la materia sobre la puesta en práctica de las reivindicaciones. Por consiguiente, no se pretende que estos ejemplos limiten la invención de ninguna manera.

## 45 Ejemplos

### Materiales

50 Los siguientes ejemplos utilizaron polímero de polieterimida (ULTEM 1000, de SABIC INNOVATIVE PLASTICS, y polímero de polieterimida-polidimetilsiloxano (asimismo de SABIC INNOVATIVE PLASTICS). Las cantidades indicadas en los ejemplos son en porcentaje en peso, basándose en el peso total de la composición.

### Técnicas y procedimientos

#### Producción de películas y películas metalizadas

55 Se combinaron todos los componentes y se secaron a 250°F (121°C) antes de la formación de compuestos. Las calidades se combinaron en una prensa extrusora ventilada a vacío de un único husillo S-4 de 2½ pulgadas (63.5 mm). Se utilizaron un perfil de temperatura de cilindro de 650°F-670°F (343°C - 354°C) y una velocidad de husillo de 70-80 rpm para la extrusión para dar gránulos.

60 Se secaron los gránulos durante la noche a 275°F (135°C) antes de la extrusión tal como se describió anteriormente para proporcionar las películas para su metalización.

65 Las películas delgadas se metalizan mediante deposición en fase de vapor de aluminio, cinc o mezclas de los mismos, o alternativamente simplemente se coloca una lámina sobre la película, formando así un material adecuado para su utilización en un condensador. La película metalizada puede enrollarse en rodillos para su almacenamiento y posterior procesamiento.

65

Procedimientos de pruebas

Se mide el grosor de película utilizando un sistema de medición de películas delgadas Filmetrics F20, fabricado por Filmetrics Inc., San Diego, CA, que emplea reflectancia espectral para medir el grosor de una película mediante la luz que refleja de la película y analizando la luz reflejada a lo largo de un intervalo de longitudes de onda.

Se determina la rugosidad de superficie utilizando un perfilómetro óptico fabricado por Wyko NT100, que se hace funcionar en el modo de funcionamiento convencional de la unidad. Se notifican valores medidos con encabezados convencionales tales como Ra, Sq, etc., en los que "R" indica que el valor se calculó utilizando datos en 2D y representa rugosidad lineal o de perfil y "S" indica que el valor se calculó utilizando datos en 3D y representa rugosidad de superficie o área. El segundo carácter indica el tipo de fórmula utilizado en el cálculo, en el que por ejemplo "a" indica una fórmula aritmética y "q" indica una fórmula de media cuadrática.

Se determinó la contaminación de metal mediante ICP (espectroscopía de plasma acoplada por inducción, que es un método conocido para medir la contaminación de metal).

Se determinaron la constante dieléctrica (DK) y el factor de disipación (DF) utilizando espectroscopía dieléctrica. Se utilizan películas de polieterimida con grosor de película muy uniforme como muestras de prueba. El grosor de película  $d$  se determina con precisión mediante micrómetros o calibres de grosor óptico (si la película es transparente). Se depositan electrodos de oro o aluminio con un área A conocida en ambos lados de la muestra de película utilizando pulverización o evaporación térmica. Después se carga la muestra metalizada en una cámara de temperatura controlada y se conecta eléctricamente con un analizador de espectro dieléctrico, tal como los espectrómetros dieléctricos de banda ancha de Novocontrol. El analizador de espectro mide la capacitancia C y el factor de disipación DF. La DK de la muestra se calcula basándose en la capacitancia medida y el área y grosor

$$DK = \frac{Cd}{A\epsilon_0},$$

de la muestra: donde  $\epsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12} \text{ F/m}$ , la constante de permisividad del vacío.

Se determinó la ruptura dieléctrica según la norma ASTM D-149. Se utiliza un fragmento de película de polieterimida con grosor uniforme como muestra de prueba y se mide el grosor utilizando el mismo método que para la medición de DK y DF. Se somete a prueba la muestra de película como película desnuda sin electrodos depositados sobre su superficie. Se coloca la muestra de película entre dos electrodos de metal, en los que el electrodo inferior es una placa de cobre plana y el electrodo superior es una bola de acero inoxidable con un diámetro de  $\frac{1}{4}$  pulgadas. Durante la medición de la ruptura, se aplica una tensión de CC creciente de manera continua sobre la muestra entre los dos electrodos, comenzando desde 0 V y aumentando con una tasa fija de 500 V/s. La tensión de CC se aplica utilizando una fuente de alimentación de alta tensión, tal como la fuente de alimentación de CC de Hipotronics. La tensión aumenta hasta que se produce la ruptura dieléctrica, lo cual genera una gran corriente y provoca que la fuente de alimentación se reinicie automáticamente a través de sus circuitos de protección. Se registra la mayor tensión alcanzada como la tensión de ruptura  $V_{BD}$ , y se determina el campo eléctrico de ruptura  $E_{BD}$  dividiendo  $V_{BD}$  entre el grosor de película  $d$ . Se empleó este método a menos que se identifique otro método.

En el método 2, se utilizan pequeños electrodos, que interrogan la resistencia dieléctrica de una porción limitada de la película. Este método mide la resistencia inherente de la película, que es una propiedad de material independiente de defectos.

En el método 3, se utilizan electrodos más grandes, que interrogan la resistencia dieléctrica de una porción más grande de la película. Se cree que este método es más representativo del comportamiento de película en condensadores reales ya que tiene en consideración defectos a partir de procesamiento de material y de película.

Se mide la resistencia de aislamiento mediante un medidor de megohmios con una función contrastada a lo largo del tiempo, medidor de temperatura y características similares.

**Ejemplos comparativos A Y B**

Se sometieron a prueba muestras de películas de polieterimida extrudidas de 5 micrómetros de grosor (Ejemplo A1) y 7 micrómetros de grosor (Ejemplo A2) para determinar la resistencia de ruptura utilizando el método 1 descrito anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 1.

Tabla 1

Ej. A1, 5 $\mu\text{m}$	Grosor ( $\mu\text{m}$ )	Tensión de ruptura (kVCC)	Resistencia de ruptura (V/ $\mu\text{m}$ )
Media =	5.33	2.03	380
Desv. est. =	0.26	0.38	72

Ej. A1, 5 $\mu\text{m}$	Grosor ( $\mu\text{m}$ )	Tensión de ruptura (kVCC)	Resistencia de ruptura (V/ $\mu\text{m}$ )
% de la media =	4.86	19	19
Intervalo =	1.05	1	305
Ej. A2, película de 7 $\mu\text{m}$	Grosor ( $\mu\text{m}$ )	Tensión de ruptura (kVCC)	Resistencia de ruptura (V/ $\mu\text{m}$ )
Media =	7.13	3.01	421
Desv. est. =	0.22	0.42	55
% de la media =	3.03	14	14
Intervalo =	0.85	2	241

Se sometieron a prueba muestras de las películas de polieterimida extruidas de 5 micrómetros de grosor (Ejemplo B1) y 7 micrómetros de grosor (Ejemplo B2) para determinar la resistencia de ruptura utilizando el método 2 descrito anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 2.

5

Tabla 2

Ej. B1, película de 5 $\mu\text{m}$	Grosor ( $\mu\text{m}$ )	Tensión de ruptura (kVDC)	Resistencia de ruptura (V/ $\mu\text{m}$ )
Media =	5.00	0.57	114
Desv. est. =		0.18	36
% Mean		31	31
Intervalo =		1	116
Ej. B2, película de 7 $\mu\text{m}$	Grosor ( $\mu\text{m}$ )	Tensión de ruptura (kVDC)	Resistencia de ruptura (V/ $\mu\text{m}$ )
Media =	7.00	0.86	122
Desv. est. =		0.37	52
Media =		43	43
Intervalo =		1	173

- 10 Los ejemplos comparativos A y B juntos muestran que las películas que demuestran un rendimiento aceptable en el procedimiento del método 1 pueden presentar un mal rendimiento utilizando el procedimiento del método 2. El procedimiento del método 2 realiza pruebas a lo largo de una superficie de área de película más amplia y parece estar mejor adaptado para detectar defectos de película a partir de procesamiento de material y de película que pueden afectar al rendimiento de la película en un condensador.

## 15 Ejemplo 1

Se filtró en estado fundido la resina de polímero para eliminar materiales particulados de menos de 40 micrómetros antes de extrudir las películas de prueba de 5  $\mu\text{m}$  (ejemplo 1A) y 7  $\mu\text{m}$  (ejemplo 1B), de 590 mm de anchura x 2000 metros de longitud. Los resultados se muestran en las tablas 3 y 4.

Tabla 3

Película	Grosor (mm)			Tensión de ruptura (V)			Rugosidad de superficie			Propiedad					
	Prom.	Máx.	Mín.	Prom.	Máx.	Mín.	V/ $\mu$ m	Lado	Ra	Ry	Rz	Resistencia a la tracción (Mpa)	Elong. (%)	Resistencia al desgarro (N/mm)	
Ej. 1A	4.8	5.01	4.31	1389	1640	960	289	Int.	0.054	0.0628	0.419	MD	87	20	129
Ej. 1B	6.85	7.32	6.42	1989	2450	1410	290	Ext.	0.044	0.461	0.334	TD	86	12	96

Tabla 4. Se notifica el grosor, medido en micrómetros, para el ejemplo 1A y el ejemplo 1B con encabezados que muestran la posición de medición desde el borde en mm

	25	55	85	115	145	175	1205	235	1265	1295	1325	1355	385	415	445	475	505	535	565
Ej. 1A	4.67	4.86	4.77	4.93	4.65	4.97	4.51	4.75	4.74	4.85	4.81	5.01	4.97	4.92	4.88	4.79	4.75	4.81	4.52
Ej. 1B	6.42	6.81	7.22	6.97	6.78	6.66	6.62	6.98	6.62	6.91	6.99	6.98	6.95	7.15	6.98	6.85	6.79	6.81	6.75

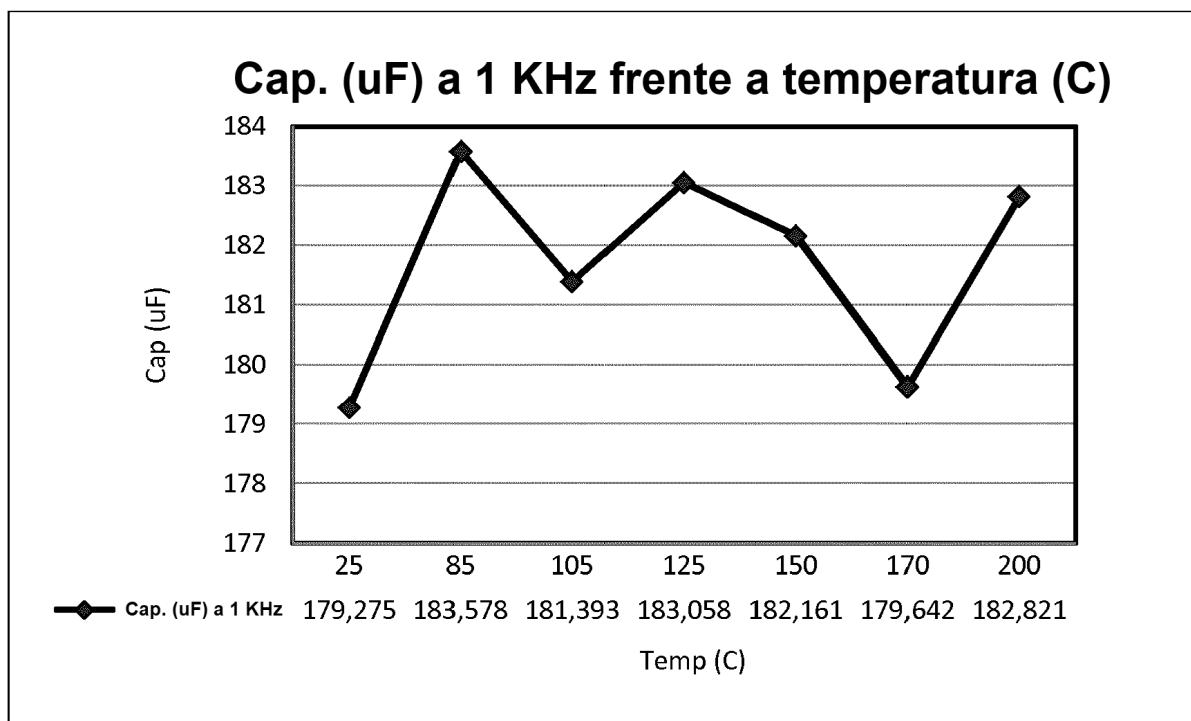
Los datos presentados en la tabla 3 demuestran que el filtrado en estado fundido para eliminar materiales particulados redujo la rugosidad de superficie y mejoró la resistencia de ruptura en comparación con los ejemplos comparativos sin filtrar. La tabla 4 muestra que las muestras filtradas de los ejemplos 1A y 1B presentaban un grosor de película muy sistemático a través de la banda. Estas propiedades están directamente relacionadas con el rendimiento de la película como material dieléctrico eficaz en condensadores. Las variaciones de dimensión/rugosidad de superficie pueden presentar un efecto negativo sobre la calidad de metalización de superficie y están asociadas con una idoneidad reducida para su utilización en condensadores, especialmente condensadores de dimensión mayor.

5

#### 10 Ejemplo 2

Se extrudieron películas utilizando resina filtrada en estado fundido como en el ejemplo 1, y después se metalizó una superficie de la película con aluminio para depositar una capa de aproximadamente 100 Angstrom. Se incorporó la película metalizada en condensadores de película electrostática de  $0.18 \mu\text{F}$  mediante enrollado y unión de cables. Se evaluaron los condensadores para determinar la capacitancia conservada a lo largo de un intervalo de temperaturas y los resultados se muestran en la tabla 5.

15 Tabla 5\*

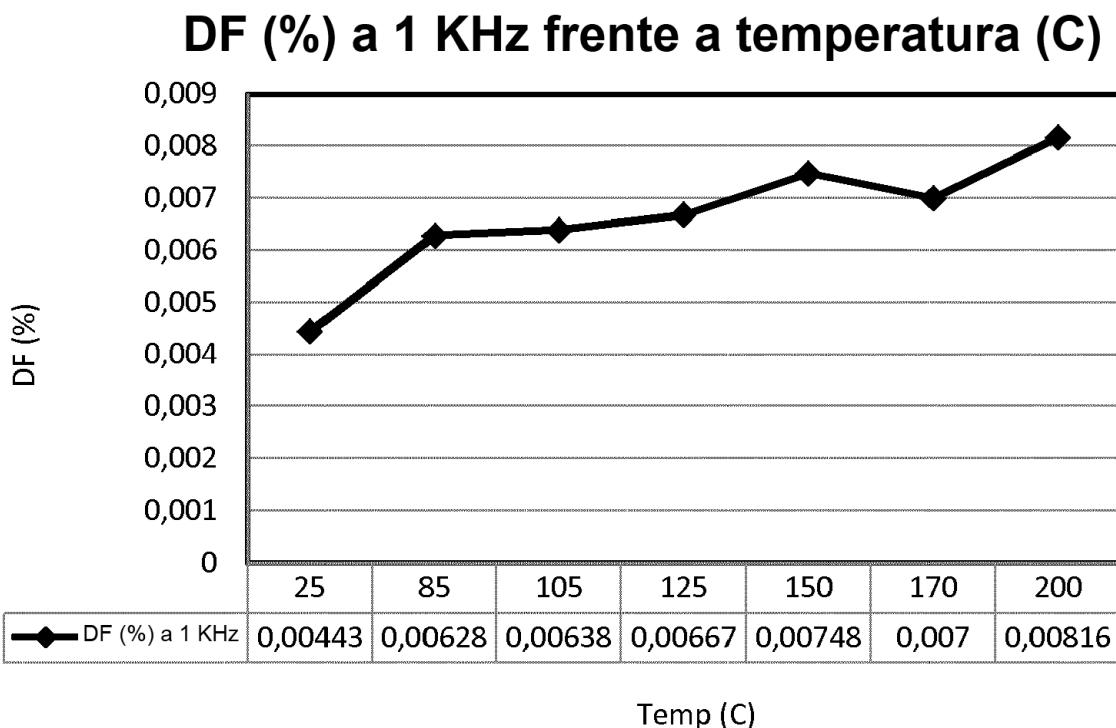


20

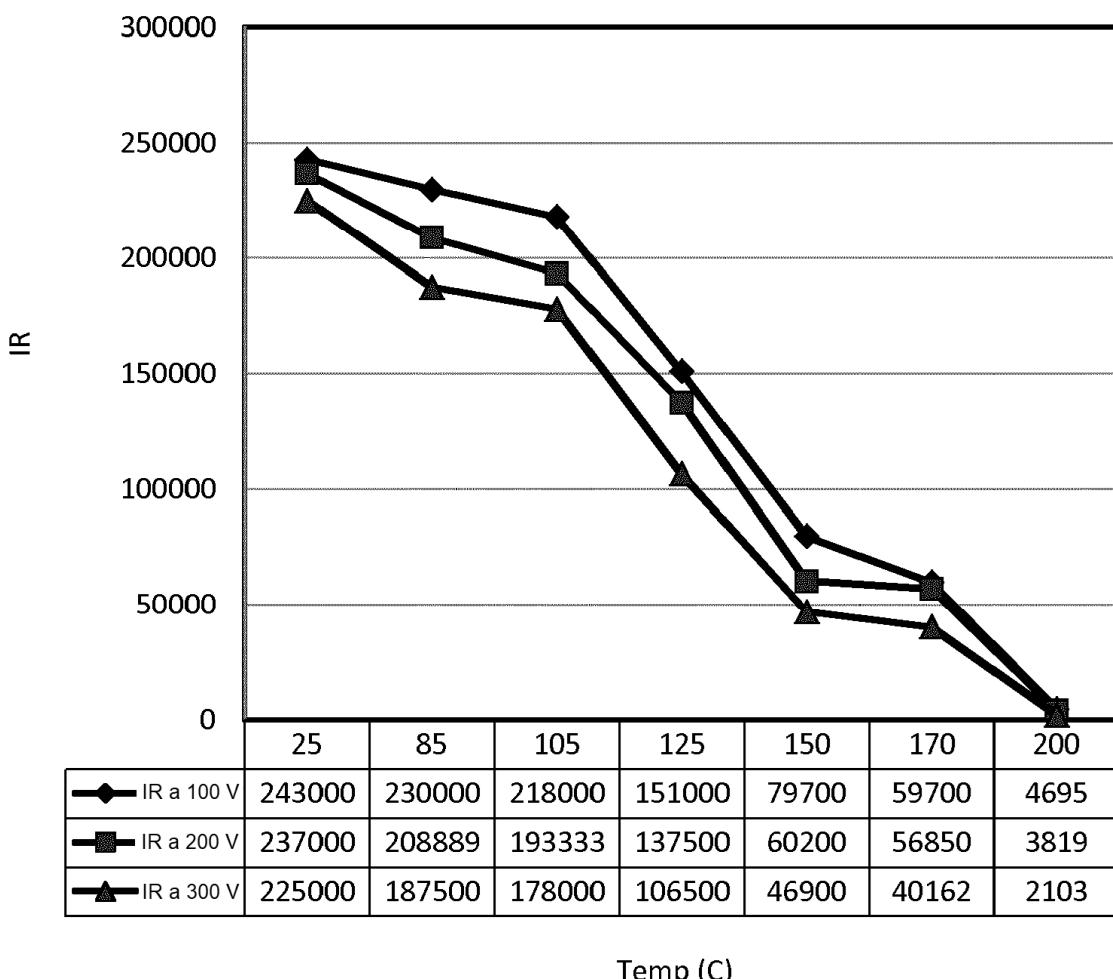
(\*  $1\mu\text{F} = 100$  microFaradios)

Los resultados en la tabla 5 demuestran que se conserva la capacitancia a temperaturas elevadas.

25 Se evaluó el condensador para determinar el factor de disipación, una medida de la transformación irreversible de energía eléctrica en calor, según el método descrito anteriormente, y los resultados se muestran en la tabla 6.

Tabla 6

- 5 Los resultados en la tabla 6 indican que el factor de disipación se mantiene por debajo del 1% incluso a temperaturas elevadas. Las especificaciones de equipos eléctricos requieren con frecuencia un factor de disipación de no más de un valor especificado, por ejemplo una especificación de inversor HEV requiere un factor de disipación de menos del 1%.
- 10 Se sometió a prueba el condensador para determinar la resistencia de aislamiento, la resistencia a la corriente de fuga que fluye a una tensión aplicada, a lo largo de un intervalo de temperaturas. Los resultados se muestran en la tabla 7.

Tabla 7**IR (Mega-ohmios) frente a temperatura (C)**

- 5 Los resultados en la tabla 7 demuestran que la resistencia de aislamiento sigue siendo alta hasta 170°C y 300 VCC.

**Ejemplo comparativo C**

10 Se extrujeron muestras de películas de polieterimida de 5  $\mu\text{m}$  de grosor como láminas de 550 mm de anchura y se recogieron en seis rollos de 3000 metros en longitud (Ejemplo C-1 a Ejemplo C-6) y un rollo de 2900 metros (Ejemplo C-7). Se extrudió una película de 7  $\mu\text{m}$  de grosor y se identificó como Ejemplo C-8. Se evaluaron las películas para determinar el grosor y la tensión de ruptura y los resultados se muestran en la tabla 8.

Tabla 8

15

	Grosor				Tensión de ruptura			
	Prom.	Máx.	Mín.	$\sigma$	Prom.	Máx.	Mín.	$\sigma$
Ej. C-1	4.68	4.91	4.41	0.14	280	388	85	78.1
Ej. C-2	4.70	4.85	4.41	0.13	292	433	76	85.3
Ej. C-3	4.78	4.94	4.61	0.11	321	429	131	69.5
Ej. C-4	4.83	5.10	4.63	0.13	323	467	163	70.6
Ej. C-5	4.96	5.19	4.66	0.13	303	431	155	74.2

	Grosor				Tensión de ruptura			
	Prom.	Máx.	Mín.	$\sigma$	Prom.	Máx.	Mín.	$\sigma$
Ej. C-6	4.91	5.12	4.56	0.14	329	467	213	51.5
Ej. C-7	4.87	5.02	4.62	0.10	327	434	168	67.0
Ej. C-8	7.00	7.23	6.58	0.17	284	404	150	58.2

Los datos en la tabla 8 muestran que estas películas tenían un grosor relativamente sistemático. Sin embargo, la tensión de ruptura fue altamente variable de modo que el valor promedio disminuyó por debajo de 300 en 3 rodillos. Además, se observaron problemas de calidad a través de la banda de tal manera que estas muestras no mostraron regiones libres de arrugas para hacer que estas películas fueran adecuadas para metalización y enrollado para dar condensadores. Las diferencias entre estos ejemplos y los de la invención pueden atribuirse al hecho de que estas películas no presentaban por lo menos una zona libre de arrugas que presenta una primera superficie y una segunda superficie, comprendiendo la por lo menos una zona libre de arrugas extrudida: un grosor de más de 0 y menos de 7 micrómetros, no presentaban una variación del grosor de la película de +/-10% o menos del grosor de la película, y no presentaban un promedio de rugosidad de superficie de menos de +/- 3% del grosor promedio de la película según se mide mediante perfilometría óptica.

### Ejemplo 3

Se extrujeron muestras de películas de polieterimida de 5  $\mu\text{m}$  de grosor como láminas de 580 mm de anchura y se recogieron rollos de 3000 metros en longitud. Se evaluó la película para determinar el grosor, la tensión de ruptura y la resistencia de ruptura en veinte sitios a través de la anchura del rodillo. Los datos se presentan en la tabla 9. Se realizó una prueba repetida y los datos se presentan en la tabla 10.

Tabla 10

N.º de sitio	Grosor ( $\mu\text{m}$ )	Tensión de ruptura (kVDC)	Resistencia de ruptura (V/ $\mu\text{m}$ )
1	5.42	2.94	542
2	5.40	2.93	543
3	5.50	2.35	428
4	5.37	2.95	549
5	5.34	2.91	545
6	5.46	2.93	537
7	5.44	2.93	539
8	5.49	2.91	530
9	5.85	2.94	503
10	5.62	2.88	513
11	6.00	2.90	484
12	5.54	2.94	531
13	5.50	2.93	533
14	5.56	2.93	527
15	5.50	2.73	496
16	5.58	2.92	523
17	5.44	2.91	535
18	5.49	2.93	534
19	5.52	2.51	455
20	5.52	2.94	533
Media	5.53	2.87	519
Desviación estándar	0.15	0.16	32

Tabla 10

N.º de sitio	Grosor ( $\mu\text{m}$ )	Tensión de ruptura (kVDC)	Resistencia de ruptura (V/ $\mu\text{m}$ )
1	5.67	2.93	517
2	5.77	2.94	510
3	5.80	2.93	505
4	5.56	2.93	527
5	5.31	2.93	551
6	5.07	2.77	546
7	5.07	2.31	456
8	5.04	2.86	567
9	5.22	2.84	544
10	5.44	2.91	535
11	5.55	2.88	519

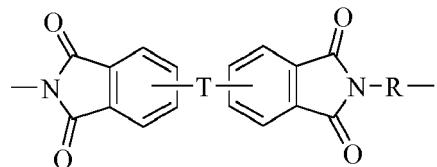
N.º de sitio	Grosor ( $\mu\text{m}$ )	Tensión de ruptura (kVDC)	Resistencia de ruptura (V/ $\mu\text{m}$ )
12	5.84	3.01	516
13	5.91	2.94	497
14	5.73	2.94	513
15	5.75	2.94	511
16	6.01	2.94	489
17	5.81	2.94	506
18	5.38	2.92	543
19	5.35	2.94	549
20	5.37	2.83	527
Media	5.53	2.88	521
Desviación estándar	0.30	0.14	26

Los datos en la tabla 9 muestran una excelente resistencia de ruptura. Además, se observaron visualmente zonas libres de arrugas a través de la anchura de la banda, que presentaban un aspecto global liso en el rodillo. Los ejemplos demuestran películas que presentan una resistencia dieléctrica relativamente alta con una variación

- 5       estándar muy ajustada, lo que sugiere que las propiedades de la película son propiedades uniformes y excelentes. Dicho de otro modo, los ejemplos demuestran películas que presentan por lo menos una zona libre de arrugas que presenta una primera superficie y una segunda superficie, comprendiendo la por lo menos una zona libre de arrugas extrudida: un grosor de más de 0 y menos de 7 micrómetros, y una variación del grosor de la película de +/- 10% o menos del grosor de la película, y un promedio de rugosidad de superficie de menos de +/- 3% del grosor  
10      promedio de la película según se mide mediante perfilometría óptica; y además en las que la película presenta: una constante dieléctrica a 1 kHz y temperatura ambiente de por lo menos 2.7; un factor de disipación a 1 kHz y temperatura ambiente del 1% o menos; y una resistencia de ruptura de por lo menos 300 voltios/micrómetro.

## REIVINDICACIONES

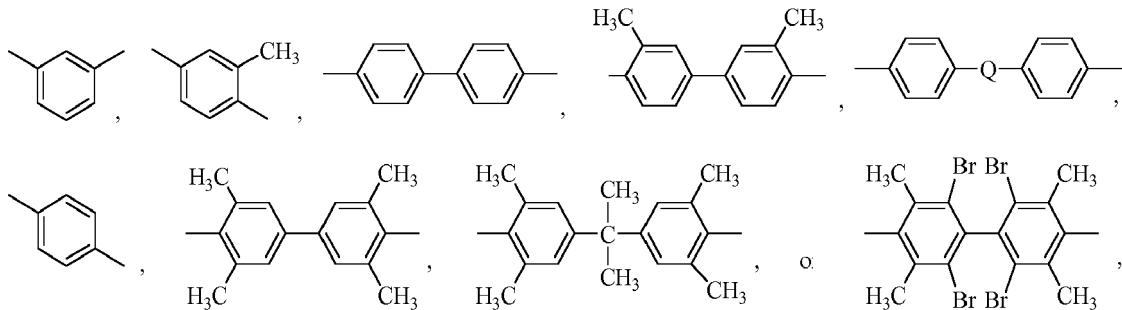
1. Película extrudida sin disolvente, estirada de manera uniaxial, que comprende una polieterimida de la fórmula



5

en la que

T es -O- o un grupo de la fórmula -O-Z-O- en la que los enlaces divalentes del grupo -O- o -O-Z-O- están en las posiciones 3,3', 3,4', 4,3' o 4,4' y Z es un radical divalente de las fórmulas



15

en la que Q es -O-, -S-, -C(O)-, -SO<sub>2</sub>-, -SO- o -C<sub>y</sub>H<sub>2y</sub>- en la que y es un número entero de 1 a 5; y

R es m-fenileno;

20 y menos de 5 por ciento en peso de flúor, en la que la película presenta por lo menos una zona libre de pliegues que presenta un promedio de rugosidad de superficie de menos de +/- 3% del grosor promedio de la película como se mide mediante perfilometría óptica, y que presenta una primera superficie y una segunda superficie, comprendiendo dicha por lo menos una zona libre de pliegues extrudida:

25 un grosor de menos de 7 micrómetros, y  
una variación del grosor de la película de +/- 10% o menos del grosor de la película, y;

en la que además la película presenta:

30 una constante dieléctrica a 1 kHz y una temperatura ambiente de por lo menos 2.7;  
un factor de disipación a 1 kHz y una temperatura ambiente de 1% o menos; y  
una resistencia de ruptura de por lo menos 300 voltios/micrómetro.

35 2. Película según la reivindicación 1, en la que la película presenta una longitud de por lo menos 10 metros y una anchura de por lo menos 300 milímetros y por lo menos 80% del área de la película es la zona libre de pliegues.

3. Película según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la película presenta menos de 50 ppm de cada uno de aluminio, calcio, magnesio, hierro, níquel, potasio, manganeso, molibdeno, sodio, titanio y cinc.

40 4. Película según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende menos de 100 ppm de un compuesto que contiene flúor o un compuesto que contiene silicón.

45 5. Película según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la película no presenta ninguna mancha o gel observable a lo largo de un área de por lo menos 3 metros cuadrados cuando se observa a una distancia de 0.3 metros sin aumento.

6. Película según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la película no presenta ningún hueco observable a lo largo de un área de por lo menos 3 metros cuadrados cuando se observa a un aumento de 50x.

50 7. Película según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la polieterimida presenta una Tg de más de 135°C.

8. Película según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, arrollada en un rollo, en la que el rollo no presenta ningún/ningunas pliegue o líneas de matriz observable cuando se observa sin aumento a una distancia de 0.3 metros.
- 5      9. Artículo que comprende una parte de la película según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
- 10     10. Artículo según la reivindicación 9, que comprende además una capa de un metal conductor depositado sobre por lo menos una parte de la superficie de la zona libre de pliegues.
- 10     11. Artículo según la reivindicación 10, en el que el metal conductor comprende aluminio, cinc, cobre o una combinación de los mismos.
- 15     12. Artículo según la reivindicación 9 o 10, en el que la capa de metal conductor presenta un grosor de 1 a 3000 angstrom.
- 15     13. Artículo según cualquiera de las reivindicaciones 9 o 10, en el que la capa de metal conductor presenta una resistividad de 0.1 a 100 Ohm/sq.
- 20     14. Condensador que comprende una película metalizada arrollada según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
- 20     15. Artículo electrónico que comprende el condensador según la reivindicación 14.