

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 984 619**

51 Int. Cl.:

**C08F 255/02** (2006.01)

**H01L 31/048** (2014.01)

**C08F 210/16** (2006.01)

**B32B 17/10** (2006.01)

**C08F 230/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.02.2013 PCT/US2013/024344**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.08.2013 WO13116649**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.02.2013 E 13704691 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.03.2024 EP 2809695**

54 Título: **Formulación de interpolímero de etileno que contiene silano que incluye películas y módulo de dispositivo electrónico que lo comprende**

30 Prioridad:

**03.02.2012 US 201261594534 P**

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

**30.10.2024**

73 Titular/es:

**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)  
2040 Dow Center  
Midland, MI 48674, US**

72 Inventor/es:

**NANJUNDIAH, KUMAR;  
NAUMOVITZ, JOHN A.;  
PATEL, RAJEN M.;  
HUGHES, MORGAN M. y  
CERK, FRANK J.**

74 Agente/Representante:

**DEL VALLE VALIENTE, Sonia**

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 984 619 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

Formulación de interpolímero de etileno que contiene silano que incluye películas y módulo de dispositivo electrónico que lo comprende

Esta invención se refiere a formulaciones de interpolímero de etileno injertadas con silano y a su uso en películas y en módulos de dispositivo electrónico de baja corriente.

**Antecedentes de la invención**

Los materiales poliméricos que contienen etileno poseen propiedades aislantes eléctricas adecuadas para muchos tipos conocidos de dispositivos electrónicos y aplicaciones. Sin embargo, para dispositivos eléctricos, conectores y conductores que funcionan con corrientes eléctricas muy bajas, se vuelve extremadamente crítico proporcionar la cantidad máxima de aislamiento y evitar eficazmente incluso niveles muy bajos de fuga o pérdida de corriente eléctrica. Esto es particularmente importante para los módulos que comprenden uno o más dispositivos electrónicos de baja corriente que incluyen, pero no se limitan a, celdas solares (también conocidas como celdas fotovoltaicas), paneles de cristal líquido, dispositivos electroluminiscentes y unidades de visualización de plasma. Los módulos a menudo comprenden el dispositivo electrónico en combinación con uno o más sustratos que proporcionan protección y/o soporte para su fabricación, transporte y uso. Por ejemplo, estos tipos de dispositivos se colocan frecuentemente detrás de una o más láminas de cubierta de vidrio y/o entre dos sustratos en los que uno o ambos sustratos comprenden vidrio, metal, plástico, caucho u otro material. En estos casos, los materiales poliméricos se utilizan normalmente como encapsulador o sellador para el dispositivo dentro del módulo o, dependiendo del diseño del módulo, directamente como componente de revestimiento o capa de la piel del módulo, por ejemplo, una piel posterior en un módulo de celdas solares.

La publicación de solicitud de patente estadounidense 2001/0045229 A1 identifica una serie de propiedades deseables en cualquier material polimérico que está previsto para su uso en la construcción de un módulo de dispositivo electrónico. Estas propiedades incluyen (i) proteger el dispositivo de la exposición al entorno exterior, por ejemplo, humedad y aire, particularmente durante largos periodos de tiempo (ii) proteger contra el choque mecánico, (iii) adhesión fuerte al dispositivo electrónico y sustratos, (iv) procesamiento fácil, incluido el sellado, (v) buena transparencia, particularmente en aplicaciones en las que la luz u otra radiación electromagnética es importante, por ejemplo, módulos de celdas solares, (vi) tiempos de curado cortos con protección del dispositivo electrónico de la tensión mecánica resultante de la contracción del polímero durante el curado, (vii) alta resistencia eléctrica con poca, si hay alguna, conductancia eléctrica y (viii) bajo coste.

El documento WO 2011/53541 A1 describe películas de encapsulación de módulo de dispositivo electrónico deseables que se basan en un interpolímero de etileno y al menos una alfa-olefina que tiene, una densidad de polímero global de no más de 0,905 g/cm<sup>3</sup>, una cantidad total relativamente baja de insaturación, y una razón relativamente alta de grupos vinilo con respecto a grupos insaturados totales en la cadena polimérica, y preparada en un proceso de polimerización en solución usando un catalizador de polimerización que es un complejo metálico de un ariloxiéter polivalente de un tipo específico. Para los polímeros de ejemplo, los catalizadores se complementaron y activaron con cocatalizadores bis(alquil sebo hidrogenado)metil-amonio, tetrakis(pentafluorofenil)borato y MMAO (metil aluminoxano modificado).

En el documento US 2010/0036069A se señala que, en la producción de polímeros de etileno, determinados cocatalizadores pueden proporcionar una disminución del factor de disipación de carga eléctrica.

Sería conveniente proporcionar materiales poliméricos mejorados y estructuras de material polimérico adecuadas para su uso en el dispositivo eléctrico de baja corriente y proporcionar mejores combinaciones de rendimiento en las propiedades físicas, ópticas y eléctricas. En particular, en dispositivos electrónicos, tales como módulos fotovoltaicos, sería deseable proporcionar una eficiencia mejorada en aislamiento y, a su vez, mejorar la conductancia en el dispositivo electrónico. Por ejemplo, en el caso de módulos fotovoltaicos, esto convenientemente maximizaría la recuperación de la corriente generada para su posterior uso o almacenamiento.

**Resumen de la invención**

Como se describe con más detalle en esta solicitud y en las reivindicaciones siguientes, esta invención es una película de interpolímero de etileno que tiene una o más capas, que comprende una capa de superficie que comprende: (A) un interpolímero de etileno que contiene silano que comprende (1) un interpolímero de etileno que tiene una densidad de más de 0,85 g/cm<sup>3</sup> a menos de 0,905 g/cm<sup>3</sup>, y (2) de al menos el 1,2 por ciento en peso a menos de o igual a 5 por ciento en peso de alcoxisilano; caracterizado porque: (3) que tengan una resistividad volumétrica superior a  $5 \times 10^{15}$  ohm-cm medida a 60 °C, y (4) que tengan, después de la reticulación, un contenido de gel inferior a 10 ppm y un contenido de aluminio residual inferior a 100 ppm, basándose ambos contenidos en el peso del interpolímero de etileno, y en los que el interpolímero de etileno se seleccione del grupo que comprende el polietileno de muy baja densidad, interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina lineales y homogéneamente ramificados, y polímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina sustancialmente lineales y homogéneamente ramificados, en los que el interpolímero de etileno se prepara utilizando un catalizador que comprende un complejo de ligandos de bis-(bifenilfenol) coordinados a través de átomos de oxígeno

a un metal de transición; y en donde el interpolímero de etileno se prepara usando un cocatalizador que consiste en un cocatalizador de tipo metilaluminoxano modificado y que excluye sustancialmente cualquier cocatalizador que contiene boro. En una realización, dicho interpolímero de etileno tiene un contenido de boro residual de menos de 10 ppm y el contenido de aluminio residual de menos de 100 ppm, ambos contenidos se basan en peso de interpolímero de etileno. En una realización preferida, el interpolímero de etileno se prepara utilizando un catalizador que comprende un complejo de ligandos bis-(bifenilfenol) coordinados a través de átomos de oxígeno a un metal de transición, en el que el metal de transición se selecciona del grupo formado por Ti, Zr y Hf. En un aspecto, en una película de polímero de etileno como la descrita anteriormente, el complejo es [2,2"-[1,3-propanodilbis(oxi-kO)]bis[3",5,5"-tris(1,1-dimetiletil)-5'-metil[1,1':3',1"-terfenil]-2'-olato-kO]]dimetil.

En una realización preferida, el interpolímero de etileno es un interpolímero de etileno sustancialmente lineal. Tal como se describe con más detalle a continuación, en las películas de polímero de etileno como las descritas anteriormente, el polímero de etileno tiene deseablemente una densidad de entre más de 0,85 g/cm<sup>3</sup> y menos de 0,90 g/cm<sup>3</sup>.

En otro aspecto de la invención, en las películas de polímero de etileno como se ha descrito anteriormente, el interpolímero de etileno el interpolímero de etileno está reticulado y el interpolímero de etileno reticulado contiene al menos un 15 por ciento de interpolímero reticulado según la medición de que contiene menos de un 85 por ciento de extraíbles solubles en xileno según la medición de la norma ASTM 2765-95. Además, en las películas de polímero de etileno descritas anteriormente, el interpolímero de etileno puede injertarse deseablemente con un silano de vinilo seleccionado entre trietoxisilano de vinilo y trimetoxisilano de vinilo.

Una realización adicional de la presente invención es un módulo de dispositivo electrónico laminado que comprende: A. al menos un dispositivo electrónico; y B. una de las películas de interpolímero de etileno descritas anteriormente en contacto íntimo con al menos una superficie del dispositivo electrónico. En una realización preferida, en un módulo de dispositivo electrónico laminado como el descrito anteriormente, el dispositivo electrónico es una celda fotovoltaica. En otra realización de los módulos de dispositivos electrónicos laminados descritos anteriormente, el módulo de estructura laminada comprende en secuencia: (i) una capa de cubierta receptora y transmisora de luz, (ii) una capa de película encapsuladora que comprende una de las películas de etileno interpolímero descritas en el presente documento, (iii) una o más celdas fotovoltaicas, (iv) una segunda capa de película encapsuladora que comprende una de las películas de etileno interpolímero descritas en el presente documento, y (v) opcionalmente, una capa de lámina posterior. Preferiblemente, en dichos módulos de dispositivo electrónico laminados según la invención, los módulos de estructura de laminado, cuando se ensayan para determinar la degradación inducida potencial ("PID"), tienen valores de PID inferiores o iguales al 23 %.

### Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una vista en sección transversal de una realización de un módulo de dispositivo electrónico, es decir, un módulo fotovoltaico (PV), que emplea una película de esta invención.

La figura 2 es una vista en sección transversal de un módulo fotovoltaico (PV) que se configura generalmente para probar la degradación inducida por potencial.

La figura 3 es un esquema de un módulo fotovoltaico (PV) configurado para probar la degradación inducida por potencial.

### Descripción detallada de la invención

En general, y tal como se describirá con más detalle a continuación, los interpolímeros de etileno adecuados para su uso según la presente invención tienen una densidad y módulo relativamente bajos, y buenas propiedades de aislamiento óptico y eléctrico. Son adecuados para determinadas aplicaciones de dispositivos eléctricos tales como la laminación en módulos de dispositivos fotovoltaicos, cuando tienen una cristalinidad más baja y que tienen una alta transmisión de luz visible y UV y baja turbidez. Los interpolímeros de etileno de módulo bajo son flexibles y particularmente bien adaptados para su uso en esta invención porque proporcionan estabilidad bajo estrés y son menos propensos a agrietarse al estrés o contracción. Los interpolímeros de etileno útiles en la práctica de esta invención se hacen típicamente con un catalizador de sitio único tal como un catalizador de geometría restringida, un catalizador de metaloceno o un catalizador de post-metaloceno como se describirá con más detalle a continuación.

Una característica importante de las películas de interpolímero de etileno adecuadas para su uso según la presente invención es su aislamiento eléctrico o rendimiento de resistividad, también denominado resistividad volumétrica. Este rendimiento de resistividad volumétrica se puede probar y medir según el método descrito con más detalle a continuación y generalmente es similar tanto si contiene o no el componente de silano. Se coloca un dispositivo de ensayo de resistividad con una película en un horno calentado. La corriente de fuga (I) se mide después de aplicar 1000 V a través de la película. Los datos después de 10 minutos de aplicación de voltaje (V) se informan como la corriente de fuga. La resistividad volumétrica (R) se calcula entonces tomando el espesor (t) de la película en consideración usando la siguiente relación:  $R = A \cdot V / (I \cdot t)$ , donde R es la resistividad en Ohm-cm, A es el área de los electrodos en cm<sup>2</sup>, V es el voltaje, I es la corriente en amperios, t es el espesor de la película en cm. Cuando se prueban según esta técnica, las películas de etileno interpolímero adecuadas para su uso según la presente invención

generalmente demuestran aislamiento eléctrico como valores de resistividad de volumen superiores a  $5 \times 10^{15}$  ohm-cm medidos a 60 °C. Preferiblemente, las películas demuestran aislamiento eléctrico como valores de resistividad de volumen superiores a  $7,5 \times 10^{15}$  ohm-cm medidos a 60 °C y, más preferiblemente, superiores a  $1 \times 10^{16}$  ohm-cm medidos a 60 °C.

El término “polímero”, como se utiliza en la presente memoria, se refiere a un compuesto polimérico preparado polimerizando monómeros, ya sea del mismo tipo o de un tipo diferente. Por lo tanto, el término genérico polímero abarca el término homopolímero, normalmente empleado para referirse a polímeros preparados a partir de un solo tipo de monómero, y el término interpolímero como se define.

El término “composición”, tal como se utiliza, incluye una mezcla de materiales que comprenden la composición, así como los productos de reacción y los productos de descomposición formados a partir de los materiales de la composición.

Los términos “mezcla” o “mezcla polimérica”, como se usan, significan una mezcla física íntima (es decir, sin reacción) de dos o más polímeros. Dicha combinación puede ser o no ser miscible (sin separación de fases a nivel molecular). Una combinación puede estar o no separada en fases. Una mezcla puede contener o no una o más configuraciones de dominio, como se determina mediante espectroscopía electrónica de transmisión, dispersión de luz, dispersión de rayos X y otros métodos conocidos en la técnica. La mezcla se puede efectuar mezclando físicamente los dos o más polímeros a nivel macro (por ejemplo, resinas de mezcla fundida o composición) o nivel micro (por ejemplo, formación simultánea dentro del mismo reactor).

El término “interpolímero” se refiere a polímeros preparados mediante la polimerización de al menos dos tipos diferentes de monómeros. El término genérico interpolímero incluye los copolímeros, normalmente empleados para referirse a polímeros preparados a partir de dos monómeros diferentes, y los polímeros preparados a partir de más de dos tipos diferentes de monómeros, como los terpolímeros y similares.

Los términos “interpolímero de etileno” y “polímero a base de etileno” se refieren a polímeros que contienen más de un 50 por ciento molar de monómero de etileno polimerizado (basado en la cantidad total de monómeros polimerizables) y, opcionalmente, pueden contener al menos un comonómero.

El término “interpolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina” se refiere a un interpolímero que contiene más de un 50 por ciento molar de monómero de etileno polimerizado (basado en la cantidad total de monómeros polimerizables) y al menos una  $\alpha$ -olefina.

Los interpolímeros de etileno son generalmente conocidos y están disponibles. Los interpolímeros de etileno para su uso según la presente invención son interpolímeros que tienen un contenido de  $\alpha$ -olefina de al menos el 1 por ciento en moles (% en moles), preferiblemente al menos el 4 % en moles, preferiblemente al menos el 5 % en moles, más preferiblemente al menos el 10 % en moles y, en algunos casos de monómeros de menor peso molecular, preferiblemente al menos el 20 % en moles, basado en los comonómeros del interpolímero. Estos interpolímeros típicamente tienen un contenido de  $\alpha$ -olefina de menos del 30 % en moles, preferiblemente menos del 20 % en moles y, en algunos casos de comonómeros de mayor peso molecular, preferiblemente menos del 15 % en moles, y preferiblemente menos del 10 % en moles, basado en los comonómeros del interpolímero. Las selecciones específicas y combinaciones de cada contenido de  $\alpha$ -olefina inferior con cada uno y cada uno de los contenidos superiores de  $\alpha$ -olefina se contemplan y describen expresamente en esta solicitud. El contenido de  $\alpha$ -olefina en estos interpolímeros puede medirse mediante espectroscopía de resonancia magnética nuclear (RMN)  $^{13}\text{C}$  usando el procedimiento descrito en Randall (Rev. Macromol. Chem. Phys., C29 (2&3)). En general, cuanto mayor es el contenido de  $\alpha$ -olefina del interpolímero, menor es la densidad y menor el interpolímero, y esto se traduce en propiedades físicas y químicas deseables para una capa de transmisión de luz protectora, aislante, en un dispositivo o módulo electrónico.

La  $\alpha$ -olefina es preferiblemente una  $\alpha$ -olefina C3-20 lineal, ramificada o cíclica. Los ejemplos de olefinas C3-20 incluyen propeno, 1-buteno, 4-metil-1-penteno, 1-hexeno, 1-octeno, 1-deceno, 1-dodeceno, 1-tetradeceno, 1-hexadeceno y 1-octadeceno. Las  $\alpha$ -olefinas también pueden contener una estructura cíclica tal como ciclohexano o ciclopentano, lo que da como resultado una  $\alpha$ -olefina tal como 3-ciclohexil-1-propeno (alilciclohexano) y vinilciclohexano. Aunque no las  $\alpha$ -olefinas en el sentido clásico del término, para los fines de esta invención, ciertas olefinas cíclicas, tales como norborneno y olefinas relacionadas, son  $\alpha$ -olefinas y pueden usarse en lugar de algunas o todas las  $\alpha$ -olefinas descritas anteriormente. De manera similar, estireno y sus olefinas relacionadas (por ejemplo,  $\alpha$ -metilestireno, etc.) son  $\alpha$ -olefinas para los fines de esta invención. Sin embargo, el ácido acrílico y metacrílico y sus respectivos ionómeros, y los acrilatos y metacrilatos, no son olefinas  $\alpha$  para los fines de esta invención. Los interpolímeros de etileno ilustrativos incluyen etileno/propileno, etileno/buteno, etileno/1-hexeno, etileno/1-octeno, etileno/estireno y similares. Ácido etileno/acrílico (EAA), etileno/ácido metacrílico (EMA), etileno/acrilato o metacrilato, etileno/acetato de vinilo y similares son no interpolímeros de etileno de esta invención. Los terpolímeros ilustrativos incluyen etileno/propileno/1-octeno, etileno/propileno/buteno, etileno/buteno/1-octeno y etileno/buteno/estireno. Los interpolímeros pueden ser aleatorios o en bloque.

La tecnología de catalizador de sitio único se usa para la preparación de los interpolímeros de etileno útiles en la práctica de esta invención y generalmente se conoce, incluyendo catalizadores de geometría restringida, catalizadores

## ES 2 984 619 T3

de metalloceno o catalizadores de posmetalloceno. Por ejemplo, véase el documento US 2010/0036069 A a Konze y otros y USP 5.026.798 de Canich.

5 Los interpolímeros de etileno útiles en la práctica de esta invención tienen un SCBDI (índice de distribución de rama de cadena corta) o CDBI (índice de distribución de rama de composición) se define con como el porcentaje en peso de las moléculas de polímero que tienen contenido de comonomero dentro del 50 por ciento del contenido de comonomero molar total medio. El CDBI de un polímero se calcula fácilmente a partir de datos obtenidos mediante técnicas conocidas en la técnica, como, por ejemplo, el fraccionamiento por elución con aumento de temperatura (abreviado en el presente documento como "TREF"), tal como se describe, por ejemplo, en Wild et al, Journal of  
10 Polymer Science, Poly. Phys.Ed., vol. 20, pág. 441 (1982), o como se describe en los documentos USP 4.798.081 y 5.008.204. El SCBDI o CDBI para los interpolímeros de etileno utilizados en la práctica de la presente invención es típicamente superior al 50, preferiblemente superior al 60, más preferiblemente superior al 70, aún más preferiblemente superior al 80, y más preferiblemente superior al 90 por ciento.

15 Los interpolímeros de etileno de menor densidad adecuados para su uso según la presente invención se obtienen generalmente mediante el control del contenido de  $\alpha$ -olefina del interpolímero, cuanto mayor sea el contenido de  $\alpha$ -olefina del interpolímero, menos cristalino, y esto se traduce en propiedades físicas y químicas deseables, particularmente para la capa de transmisión de luz protectora en un módulo de dispositivo electrónico. Los  
20 interpolímeros de etileno adecuados para su uso según la presente invención tendrán generalmente una densidad inferior o igual a 0,905, preferiblemente inferior a 0,90, preferiblemente inferior a 0,89, más preferiblemente inferior a 0,885, incluso más preferiblemente inferior a 0,88 e incluso más preferiblemente inferior a 0,875, g/cm<sup>3</sup>. Los interpolímeros de etileno tienen una densidad superior a 0,85, y más preferiblemente superior a 0,86, g/cc. La densidad, en gramos por centímetro cúbico ("g/cc" o "g/cm<sup>3</sup>"), se mide según la norma ASTM-D 792-03, método B, en isopropanol. Las muestras se miden en la hora siguiente al moldeo, tras acondicionarlas en el baño de isopropanol  
25 a 23 °C durante 8 minutos para alcanzar el equilibrio térmico antes de la medición. Las muestras se moldean por compresión según la norma ASTM D- 4703-00 Anexo A con un periodo de calentamiento inicial de 5 min a aproximadamente 190 °C y una velocidad de enfriamiento de 15 °C/min por procedimiento C. La muestra se enfría a 45 °C en la prensa y se siguió enfriando hasta que estuvo "fría al tacto".

30 En términos de módulo bajo, los interpolímeros de etileno útiles en la práctica de esta invención tienen un módulo secante al 2 % de menos de 150, preferiblemente menos de 140, más preferiblemente menos de 120 e incluso más preferiblemente menos de 100, medido por el procedimiento de ASTM D- 882-02. Los interpolímeros de etileno típicamente tienen un módulo secante al 2 % mayor que cero, pero cuanto menor es el módulo, mejor es el  
35 interpolímero adaptado para su uso en esta invención. El módulo secante es la pendiente de una línea desde el origen de un diagrama de tensión-deformación y que interseca la curva en un punto de interés, y se usa para describir la rigidez de un material en la región elástica del diagrama.

Los interpolímeros de etileno útiles en la práctica de esta invención tienen típicamente un punto de fusión de menos  
40 de 95, preferiblemente menos de 90, más preferiblemente menos de 85, incluso más preferiblemente menos de 80 y aún más preferiblemente menos de 75 °C. El punto de fusión se mide mediante calorimetría de barrido diferencial (DSC) como se describe, por ejemplo, en el documento USP 5.783.638. Los interpolímeros de etileno con un punto de fusión bajo a menudo presentan flexibilidad y propiedades de termoplasticidad deseables útiles en la fabricación de los módulos de esta invención.

45 Los interpolímeros de etileno útiles en la práctica de esta invención tienen una Tg inferior a -30, preferiblemente inferior a -35, preferiblemente inferior a aproximadamente -40, más preferiblemente inferior a -45 e incluso más preferiblemente inferior a -50 °C según se mide por calorimetría de barrido diferencial (DSC) usando el procedimiento de ASTM D- 3418-03. Además, normalmente, los interpolímeros de etileno utilizados en la práctica de esta invención  
50 también tienen un índice de fusión (MI medido por el procedimiento de ASTM D-1238 (190 °C/2,16 kg) de menos de aproximadamente 100, preferiblemente menos de 75, más preferiblemente menos de 50 e incluso más preferiblemente menos de 35, g/10 minutos. El MI mínimo típico es aproximadamente 1, y más típicamente es aproximadamente 5.

Un aspecto particular de los interpolímeros de etileno utilizados en la práctica de la presente invención es su bajo  
55 contenido residual de boro y, preferiblemente, también un bajo contenido residual de aluminio, de forma típica, del residuo restante después de la polimerización. Se ha determinado que el residuo de boro es particularmente perjudicial en el rendimiento de estos interpolímeros en aplicaciones de dispositivos electrónicos. En este sentido, la polimerización de copolímero de etileno de catálisis de un solo sitio evita el uso del cocatalizador que contiene boro (también denominado "activador del catalizador") es particularmente importante y se ha descubierto que proporciona  
60 bajos contenidos de boro residual. Como se usa en el presente documento, el término "contenido de boro residual" se refiere a la medición del boro de cualquier especie que contiene boro o residuo de boro en los [interpolímeros de etileno] que contienen silano final. Como se usa en el presente documento, los términos "que contiene boro" y "residuo de boro" se refieren a cualquier especie molecular o iónica que contiene el elemento boro da como resultado los  
65 interpolímeros de etileno finales. Por lo general, si está presente, dichos resultados de boro del uso de cocatalizadores que contienen boro, que son, por supuesto, evitados para el componente de copolímero de etileno de las películas según la presente invención. Tales cocatalizadores que contienen boro incluyen, por ejemplo, el tris-pentafluorofenil borano ("FAB") y el tetrakis (pentafluorofenil)borato de bis(alquilo de sebo hidrogenado)metil-amonio ("RIBS-2"). El

contenido de boro residual en los interpolímeros de etileno se puede medir mediante técnicas conocidas que incluyen espectrometría de masas de plasma acoplado inductivamente (ICP-MS). En los interpolímeros de etileno de boro residuales bajos, el contenido de boro residual es inferior a 10 partes de boro por millón de partes de etileno (ppm), más preferiblemente inferior a 5, y más preferiblemente no medible mediante el método ICP-MS. Preferiblemente, cualquier cantidad de boro añadida en la preparación o después de la preparación de estos interpolímeros es menor que los niveles especificados anteriormente. Preferiblemente, para los interpolímeros de etileno utilizados en películas según la presente invención, no hay adición intencionada de constituyentes que se sabe que contienen boro.

La preparación de dichos interpolímeros de etileno de boro residuales bajos se describe específicamente en el documento US 2010/0036069 A.

También se ha observado que el aluminio residual, también normalmente como residuo del cocatalizador compuesto de aluminio (que funciona como y también se denomina "eliminador"), también es perjudicial para las propiedades eléctricas de los interpolímeros de etileno utilizados en la práctica de la presente invención. Si bien no es perjudicial como boro, se ha descubierto que los niveles de residuos de aluminio mayores de 100 ppm son particularmente perjudiciales en el rendimiento de estos interpolímeros en aplicaciones de dispositivos electrónicos. En este sentido, la polimerización de interpolímero de etileno de catálisis de un solo sitio proporciona generalmente interpolímeros de etileno que contienen aluminio residual bajos. Se prefiere minimizar el cocatalizador que contiene aluminio. El cocatalizador que contiene aluminio que se utiliza consiste en un tipo de metilaluminoxano modificado, también denominado "MMAO", por ejemplo, MMAO-3A). También se ha encontrado que ciertos cocatalizadores que contienen aluminio enseñados en el documento US 2010/0036069A son preferidos.

Tal como se utiliza en el presente documento, el término "contenido de aluminio residual" se refiere a la medición del aluminio de cualquier especie que contenga aluminio o residuo de aluminio en los interpolímeros de etileno [finales que contienen silano]. Tal como se utilizan en el presente documento, los términos "que contiene aluminio" y "residuo de aluminio" se refieren a cualquier especie molecular o iónica que contenga el elemento aluminio y que resulte en los interpolímeros de etileno finales. Se cree que la mayoría de los aluminios residuales resultarían del uso de los cocatalizadores de polimerización que contienen aluminio conocidos.

En los interpolímeros de etileno y aluminio residuales bajos, el contenido de aluminio residual es inferior a 100 partes de aluminio por millón de interpolímero de etileno (ppm), más preferiblemente inferior a 75, más preferiblemente inferior a 50, y más preferiblemente no medible. El contenido de aluminio residual en los interpolímeros de etileno puede medirse mediante técnicas conocidas que incluyen ICP-MS. Preferiblemente, cualquier cantidad de aluminio añadida en la preparación o después de la preparación de estos interpolímeros es menor que los niveles especificados anteriormente. Preferiblemente, para los interpolímeros de etileno utilizados en películas según la presente invención, no hay adición intencionada de constituyentes que se sabe que contienen aluminio.

La preparación de dichos interpolímeros de etileno de aluminio residual bajo se describe específicamente en el documento US 2010/0036069 A.

Se ha determinado que los catalizadores para la preparación de los interpolímeros de etileno utilizados en la práctica de esta invención, como se describe generalmente en la misma, incluyen ligandos bis- (bifenilfenol) coordinados a través de átomos de oxígeno a un metal de transición (Ti, Zr y Hf) tales como, por ejemplo, el uso como complejo: [2,2''-[1,3-propanodilbis(oxi-kO)]bis[3'',5,5''-tris(1,1-dimetiletil)-5'-metil[1,1':3', 1''-terfenil]-2'-olato-kO]]dimetilo.

Los ejemplos específicos de los tipos de interpolímeros de etileno utilizados en la presente invención incluyen polietileno de muy baja densidad (VLDPE), interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina lineales homogéneamente ramificados y polímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina sustancialmente lineales homogéneamente ramificados (por ejemplo, plastómeros y elastómeros) preparados usando el sistema catalizador/cocatalizador descrito anteriormente. Los interpolímeros de etileno más preferidos son los interpolímeros de etileno lineales y sustancialmente lineales homogéneamente ramificados. Los interpolímeros de etileno sustancialmente lineales preparados usando el sistema catalizador/cocatalizador descrito anteriormente son especialmente preferidos, y se describen más completamente en los documentos USP 5.272.236, 5.278.272 y 5.986.028.

Las mezclas de cualquiera de los interpolímeros de etileno anteriores también se pueden usar en esta invención, y los interpolímeros de etileno se pueden mezclar o diluir con uno o más de otros polímeros en la medida en que los polímeros son (i) miscibles entre sí, (ii) los otros polímeros tienen poco, si hay alguno, impacto en las propiedades deseables del interpolímero de etileno, por ejemplo, óptica y bajo módulo, y (iii) los interpolímeros de etileno de esta invención constituyen al menos el 70, preferiblemente al menos el 75 y más preferiblemente al menos el 80, por ciento en peso de la mezcla.

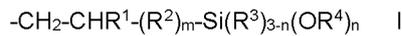
En la presente invención, para su incorporación en dispositivos electrónicos y módulos de dispositivos electrónicos, se emplea funcionalidad de silano para mejorar la adhesión mientras se mantienen niveles aceptables de otras propiedades deseables en términos de propiedades físicas, ópticas y eléctricas. Debido a la densidad relativamente baja y el módulo de los interpolímeros de etileno utilizados en la práctica de esta invención y dependiendo de los requisitos de temperatura de la solicitud, estos interpolímeros también pueden beneficiarse de ser reticulados en el

momento del contacto o después, generalmente poco después, se ha construido el módulo. La reticulación puede ser importante para el rendimiento del interpolímero en su función para proteger el dispositivo electrónico del entorno. Específicamente, la reticulación mejora la resistencia a la deformación térmica del interpolímero y la durabilidad del módulo en términos de calor, impacto y resistencia al disolvente.

5 Los interpolímeros de etileno termoplásticos que contienen alcoxisilano utilizados para las películas de esta invención requieren grupos alcoxisilano que se injertan o se unen de otro modo al interpolímero de etileno termoplástico. Los grupos alcoxilo se pueden incorporar en la resina de etileno termoplástico como se conoce generalmente por los expertos en la técnica mediante el uso de reactivos monoméricos conocidos en un proceso de polimerización, mediante técnicas de injerto conocidas, o mediante otras técnicas de funcionalización. Cualquier compuesto o monómero que contiene grupo alcoxisilano mejorará eficazmente el rendimiento de adhesión de la resina de etileno termoplástica y puede injertarse/incorporarse en el mismo y, posteriormente, reticularse, puede usarse en la práctica de esta invención.

15 Se ha descubierto que el injerto de un compuesto de alcoxisilano injertado en un interpolímero de etileno adecuado es muy adecuado para obtener la combinación deseada de propiedades de interpolímero de etileno y contenido de alcoxisilano. Los alcoxisilanos adecuados para el injerto de alcoxisilano y el proceso de reticulación incluyen alcoxisilanos que tienen un grupo hidrocarbilo etilénicamente insaturado y un grupo hidrolizable, particularmente los alcoxisilanos del tipo que se enseñan en la patente estadounidense 5.824.718.

20 Como se usa en el presente documento, el término “alcoxisilano”, injertado o en un compuesto injertable, se refiere a grupos alcoxisilano unidos representados por la siguiente fórmula:



25 y el término “compuesto de alcoxisilano injertable” y que se refiere a compuestos de “alcoxisilano” antes del injerto se refiere a compuestos de alcoxisilano que pueden describirse mediante la siguiente fórmula:



30 donde, en cualquier caso I o II:

R<sup>1</sup> es H o CH<sub>3</sub>;

35 R<sup>2</sup> es alquilo, arilo o hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono y también puede incluir otros grupos funcionales, tales como ésteres, amidas y éteres, entre otros;

m es 0 o 1;

40 R<sup>3</sup> es alquilo, arilo o hidrocarbilo que contiene de 1 a 20 átomos de carbono;

R<sup>4</sup> es alquilo o carboxialquilo que contiene de 1 a 6 átomos de carbono (preferiblemente metilo o etilo);

45 n es 1, 2 o 3 (preferiblemente 3).

Los compuestos de alcoxisilano adecuados para injertar incluyen alcoxisilanos insaturados en los que los grupos hidrocarbilo etilénicamente insaturados en la fórmula general anterior pueden ser un grupo vinilo, alilo, isopropenilo, butenilo, ciclohexenilo o (met)acriloxialquilo (se refiere a acriloxialquilo y/o metacriloxialquilo), el grupo hidrolizable, denominado OR<sup>4</sup> en la fórmula general, puede ser un grupo hidrocarbilo, hidrocarbonilo o hidrocarbilo tal como grupos metoxilo, etoxilo, propoxilo, butoxilo, formiloxilo, acetoxilo, propioniloxilo y alquilo o arilamino y el grupo hidrocarbilo saturado, denominado como R<sup>3</sup> en la fórmula general, si está presente puede ser metilo o etilo. Estos alcoxisilanos y su método de preparación se describen más completamente en el documento USP 5.266.627. Los compuestos de alcoxisilano preferidos incluyen viniltrimetoxisilano (VTMOS), viniltriethoxisilano (VTEOS), aliltrimetoxisilano, aliltriethoxisilano, 3-acriloilpropiltrimetoxisilano, 3-acriloilpropiltriethoxisilano, 3-metacriloilpropiltrimetoxisilano y 3-metacriloilpropiltriethoxisilano y mezclas de estos silanos.

Los interpolímeros de etileno como se describió anteriormente se caracterizan como antes del injerto de silano. Sin embargo, esto puede interpretarse como antes de su injerto con componente de silano insaturado o, en el caso del silano interpolimerizado, basado en el material de interpolímero de etileno correspondiente como se haría sin el comonómero de silano. Sin embargo, debe observarse que se ha descubierto que las propiedades de interpolímero de etileno, que incluyen densidad y propiedades físicas, no se ven afectadas significativamente por el injerto del silano.

65 Con los objetivos de adhesión y reticulación en mente, hay preferiblemente al menos un 0,1 por ciento en peso de alcoxisilano en el polímero injertado, más preferiblemente al menos un 0,5 % en peso, más preferiblemente al menos un 0,75 % en peso, más preferiblemente al menos un 1 % en peso, y lo más preferiblemente al menos un 1,2 % en peso. Las consideraciones de conveniencia y economía generalmente son las dos limitaciones principales en la

cantidad máxima de alcoxisilano injertado utilizado en la práctica de esta invención. Típicamente, el alcoxisilano o una combinación de alcoxisilanos, se añade en una cantidad tal que el nivel de alcoxisilano en el polímero injertado es 10 por ciento en peso o menos, más preferiblemente menor o igual a 5 % en peso, más preferiblemente menor o igual a 2 % en peso en el polímero injertado. El nivel de alcoxisilano en el polímero injertado puede determinarse retirando primero el alcoxisilano sin reaccionar del polímero y sometiendo a continuación la resina a un análisis de activación de neutrones de silicio. El resultado, en porcentaje en peso de silicio, puede convertirse en el porcentaje en peso de alcoxisilano injertado. La cantidad de alcoxisilano necesaria en las resinas y películas para la práctica de esta invención puede variar dependiendo de la naturaleza de la resina, de etileno termoplástica, el alcoxisilano, las condiciones de procesamiento, la eficacia del injerto, la cantidad de adhesión requerida en la aplicación final y factores similares.

El resultado deseado de incorporar cantidades suficientes de grupos alcoxisilano es proporcionar suficiente adhesión antes de la reticulación y, después de la reticulación, para proporcionar propiedades físicas de la resina necesarias. En general, el nivel de silano injertado necesita ser suficiente en la superficie de la película de interpolímero de etileno termoplástico en contacto con una capa adyacente para tener una adhesión adecuada a la capa adyacente para la aplicación dada. Por ejemplo, algunas aplicaciones, tales como algunas de las estructuras laminadas de celdas fotovoltaicas, pueden requerir una resistencia adhesiva a una capa de vidrio de al menos 5 Newtons por milímetro ("N/mm<sup>2</sup>") medida por la prueba de desprendimiento de 180 grados. Los profesionales conocen generalmente la prueba de pelado de 180 grados. Otras aplicaciones o estructuras pueden requerir una menor resistencia adhesiva y niveles de silano correspondientemente inferiores.

Si se desea la reticulación para las propiedades físicas de la película de interpolímero de etileno termoplástico, después de la reticulación, normalmente es necesario obtener un contenido de gel en la resina de etileno termoplástica, medida por la norma ASTM D-2765, de al menos 60 por ciento. Típicamente, el contenido de gel no supera el 90 por ciento.

Como se ha mencionado anteriormente, el injerto del alcoxisilano al polímero de etileno termoplástico puede realizarse mediante muchos métodos adecuados conocidos, tales como extrusión reactiva u otro método convencional. La cantidad del compuesto de alcoxisilano injertado necesario para emplearse en la reacción de injerto depende obviamente de la eficacia de la reacción de injerto y del nivel deseado de alcoxisilano injertado que se proporciona mediante la reacción de injerto. La cantidad necesaria para emplear se puede calcular y optimizar mediante una experimentación simple y saber que la reacción de injerto tiene típicamente una eficiencia de aproximadamente 60 %. Por lo tanto, obtener el nivel deseado de alcoxisilano injertado generalmente requiere la incorporación de un exceso del 40 %.

Las técnicas de iniciación y promoción del injerto también son generalmente bien conocidas e incluyen por los iniciadores de injerto de radicales libres conocidos tales como, por ejemplo, peróxidos y compuestos azoicos, o mediante radiación ionizante, etc. Se prefieren iniciadores de injerto de radicales libres orgánicos, tales como cualquiera de los iniciadores de injerto de peróxido, por ejemplo, peróxido de dicumilo, peróxido de di-terc-butilo, perbenzoato de t-butilo, peróxido de benzoilo, hidroperóxido de cumeno, peroctoato de t-butilo, peróxido de metil etil cetona, 2,5-dimetil-2,5-di (t-butil peroxi) hexano, peróxido de laurilo y peracetato de terc-butilo. Un compuesto azo adecuado es el nitrilo azobisisobutilo. Si bien cualquier método convencional puede usarse para injertar los grupos alcoxisilano al polímero de etileno termoplástico, un método preferido se combina con el iniciador de injerto en la primera etapa de una extrusora del reactor, tal como una amasadora Buss. Las condiciones de injerto pueden variar, pero las temperaturas de fusión son típicamente entre 160 y 260 °C, preferentemente entre 190 y 230 °C, dependiendo del tiempo de residencia y la semivida del iniciador.

Como se mencionó anteriormente, se emplea un componente de silano injertado en las composiciones usadas según la presente invención y puede proporcionarse por cualquier silano que reticulará eficazmente el interpolímero de etileno y proporcione una adhesión mejorada. En una realización preferida de la invención reivindicada, se realiza un injerto de vinil silano injertado como se describe a continuación sometiendo el interpolímero de etileno o el interpolímero de etileno en procesos de injerto o técnicas como se describe a continuación en el que al menos una parte del interpolímero se proporciona con el vinil silano injertado. Como saben los profesionales en esta área, los vinil silanos o insaturados empleados de esta manera, después de injertarse y ser injertados a un polímero, incluido el interpolímero de etileno, ya no son técnicamente "vinil" silanos en el sentido de que ya no están insaturados sino que todavía a veces se hace referencia a vinilsilanos injertados basados en derivados y restos de vinilsilanos. En otra realización, se fabrica un polímero injertado de vinilsilano compatible y separado y se añade al interpolímero de etileno del material polimérico.

En el interpolímero de etileno que contiene silano final, el curado o reticulación del silano se puede realizar mediante muchas técnicas conocidas. Si se usa humedad, es decir, agua, para efectuar el curado o la reticulación del silano, entonces normalmente se pueden emplear uno o más catalizadores de hidrólisis/condensación. Dichos catalizadores incluyen ácidos de Lewis tales como dilaurato de dibutilestaño, dilaurato de dioctilestaño, octonoato estannoso e hidrógenosulfonatos tales como ácido sulfónico. Si se utiliza luz solar o luz UV para efectuar, de forma típica y preferiblemente, se emplean uno o más fotoiniciadores. Dichos fotoiniciadores incluyen compuestos carbonílicos orgánicos tales como benzofenona, benzantrona, benzoína y éteres alquílicos de los mismos, 2,2-dietoxiacetofenona, 2,2-dimetoxilo, 2-fenilacetofenona, p-fenoxidicloroacetofenona, 2-hidroxíciclohexilfenona, 2-hidroxiisopropilfenona y 1-fenilpropanodiona-2-(etoxicarboxil)oxima. Estos iniciadores se usan de maneras conocidas y en cantidades

conocidas, por ejemplo, típicamente al menos 0,05, más típicamente al menos 0,1 e incluso más típicamente aproximadamente 0,5 % en peso basado en el peso del interpolímero.

Los coagentes de reticulación de radicales libres, es decir, promotores o coagentes, incluyen monómeros y polímeros vinílicos multifuncionales, cianurato de trialilo y trimetacrilato de trimetilolpropano, divinilbenceno, acrilatos y metacrilatos de polioles, derivados de alcohol alílico y polibutadieno de bajo peso molecular. Los coagentes reticulantes de azufre incluyen disulfuro de benzotiazilo, 2-mercaptobenzotiazol, dimetilditiocarbamato de cobre, tetrasulfuro de dipentametilentiam, disulfuro de tetrabutiltiuram, disulfuro de tetrametiltiuram y monosulfuro de tetrametiltiuram.

Estos coagentes de reticulación se usan en cantidades conocidas y formas conocidas. La cantidad mínima de coagente es típicamente al menos 0,05, preferiblemente al menos 0,1 y más preferiblemente al menos 0,5 % en peso basado en el peso del polímero o polímeros a reticular. La cantidad máxima de coagente utilizada en estas composiciones puede variar ampliamente y normalmente está determinada por factores tales como coste, eficiencia y grado de reticulación deseado. La cantidad máxima es típicamente inferior a 10, preferiblemente inferior a 5 y más preferiblemente inferior a 3 % en peso basado en el peso del polímero o polímeros a reticular.

Una dificultad en el uso de iniciadores de radicales libres activados térmicamente para promover la reticulación, es decir, el curado, de materiales termoplásticos es que pueden iniciar la reticulación prematura, es decir, el quemado y los geles, durante la composición y/o el procesamiento antes de la fase real en el proceso general en el que se desea el curado. Con los métodos convencionales de composición, tales como molienda, Banbury o extrusión, se produce el quemado cuando la relación tiempo-temperatura da como resultado una condición en la que el iniciador de radicales libres experimenta descomposición térmica que, a su vez, inicia una reacción de reticulación que puede crear partículas de gel en la masa del polímero compuesto. Estas partículas de gel pueden afectar negativamente la homogeneidad del producto final. Además, el trinquete puede reducir así las propiedades de plástico del material que no puede procesarse eficientemente con la posibilidad probable de que se pierda todo el lote.

Un método para minimizar el quemado es la incorporación de inhibidores de la puntuación en las composiciones. Por ejemplo, la patente británica 1.535.039 describe el uso de hidroperóxidos orgánicos como inhibidores de la puntuación para composiciones de polímeros de etileno curados con peróxido. El documento USP 3.751.378 describe el uso de N-nitroso difenilamina o N,N'-dinitroso-para-fenilamina como retardantes de quemado incorporados en un monómero de reticulación de acrilato polifuncional para proporcionar tiempos de quemado de largo Mooney en diversas formulaciones de interpolímero. El documento USP 3.202.648 describe el uso de nitritos tales como nitrito de isoamilo, nitrito de terc-decilo y otros como inhibidores de la puntuación para polietileno. El documento USP 3.954.907 describe el uso de compuestos vinílicos monoméricos como protección contra quemaduras. La patente US 3.335.124 describe el uso de aminas aromáticas, compuestos fenólicos, compuestos de mercaptotiazol, sulfuros de bis(N,N-disustituidotiocarbamilo), hidroquinonas y compuestos de dialquilditiocarbamato. El documento USP 4.632.950 describe el uso de mezclas de dos sales metálicas de ácido ditiocarbámico disustituido en el que una sal metálica se basa en cobre.

Un inhibidor de quemado comúnmente usado en composiciones que contienen iniciadores de radicales libres, particularmente peróxido, es 4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidin-1-oxilo, también conocido como nitroxil 2, o NR 1, o 4-oxipiperidol, o tanol, o tempol, o tmpn, o probablemente más comúnmente, 4-hidroxi-TEMPO o incluso más simplemente, h-TEMPO. La adición de 4-hidroxi-TEMPO minimiza la quemadura "extinguendo" la reticulación por radicales libres del polímero reticulable a temperaturas de procesamiento en estado fundido.

La cantidad preferida de inhibidor de quemado usado en las composiciones de esta invención variará con la cantidad y naturaleza de los otros componentes de la composición, particularmente el iniciador de radicales libres, pero típicamente la cantidad mínima de inhibidor de quemado usado en un sistema de interpolímero de etileno con el 1,7 por ciento en peso (% en peso) de peróxido es al menos el 0,01, preferiblemente al menos el 0,05, más preferiblemente al menos el 0,1 y lo más preferiblemente al menos el 0,15 % en peso basado en el peso del polímero. La cantidad máxima de inhibidor de la puntuación puede variar ampliamente, y es más una función del coste y la eficiencia que cualquier otra cosa. La cantidad máxima típica de inhibidor de quemado usada en un sistema de interpolímero de etileno con 1,7 % en peso de peróxido no excede el 2, preferiblemente no excede el 1,5 y más preferiblemente no excede el 1 % en peso basado en el peso del interpolímero.

Los materiales poliméricos de esta invención pueden comprender aditivos distintos o además del catalizador de reticulación de alcóxisilano. Por ejemplo, dichos otros aditivos incluyen absorbentes de UV, estabilizadores de UV y estabilizadores de procesamiento tales como compuestos de fósforo trivalente. Los absorbentes de UV pueden incluir, por ejemplo, derivados de benzofenona tales como Cyasorb UV-531, benzotriazoles tales como Cyasorb UV-511 y triazinas tales como Cyasorb UV-1164. Los estabilizadores de UV incluyen fenoles impedidos tales como Cyasorb UV2908 y aminas impedidas tales como Cyasorb UV 3529, Hostavin N30, Univil 4050, Univin 5050, Chimassorb UV 119, Chimassorb 944 LD, Tinuvin 622 LD y similares. Los compuestos estabilizadores que contienen fósforo incluyen fosfonitos (PEPQ) y fosfitos (Weston 399, TNPP, P-168 y Doverphos 9228). La cantidad de estabilizador UV es típicamente de 0,1 a 0,8 %, y preferiblemente de 0,2 a 0,5 %. La cantidad de estabilizador de procesamiento es típicamente del 0,02 al 0,5 %, y preferiblemente del 0,05 al 0,15 %.

Otros aditivos más incluyen, entre otros, antioxidantes (por ejemplo, fenólicos impedidos como Irganox® 1010 fabricado por Ciba Geigy Corp.), aditivos adherentes (por ejemplo, poliisobutileno), antibloqueos, antideslizantes, pigmentos y rellenos (claro si la transparencia es importante para la solicitud). También se pueden usar aditivos en el proceso, por ejemplo, estearato de calcio, agua, etc. Estos y otros aditivos potenciales se usan de la manera y la cantidad como se conoce comúnmente en la técnica.

Como el término “película” se usa en el presente documento en relación con las realizaciones de películas según la presente invención, las películas tienen espesores en los rangos generalmente asociados con películas plásticas e incluyen, en algunos usos en estructuras laminadas de dispositivos electrónicos, algunas que son de espesores mayores. En los artículos de película según la presente invención, el término “película”, incluso cuando se hace referencia a una “capa” o una “capa de película” en un artículo más grueso, a menos que tenga expresamente un espesor especificado, incluye cualquier extruido o plano relativamente delgado. Artículo termoplástico fundido que tiene un espesor generalmente consistente y uniforme según sea necesario para su uso como capas en dispositivos electrónicos. En muchos casos, esto es un espesor de hasta 0,64 mm (25 milésimas de pulgada), preferiblemente menos de 0,51 mm (20 milésimas de pulgada). Tales películas, especialmente cuando están presentes como “capas” en películas o artículos multicapa, pueden ser muy delgadas, tan delgadas como aproximadamente 10 nanómetros, como una capa en las películas de “microcapas” conocidas, pero generalmente tienen al menos 25 µm (1 milésima de pulgada), preferiblemente al menos 51 µm (2 milésimas de pulgada), preferiblemente al menos 100 µm (4 milésimas de pulgada), más preferiblemente al menos 0,15 mm (6 milésimas de pulgada) y lo más preferiblemente al menos 0,20 mm (8 milésimas de pulgada).

Las películas de interpolímero de etileno o capas de película de esta invención pueden emplearse en una variedad de procesos convencionales de fabricación de películas para producir películas útiles, tales como una película monocapa (la película es una sola capa), o al menos una capa, preferiblemente una capa superficial, en una película multicapa. Los métodos generales para la preparación de las películas según la presente invención son generalmente conocidos en la técnica y el equipo generalmente está disponible comercialmente. Dichas películas pueden prepararse mediante procesos de recubrimiento por colada, soplado, calandrado o extrusión; y estructuras compuestas o estratificadas hechas con cualquiera de los artículos anteriores.

Las estructuras laminadas según la presente invención emplean las películas de interpolímero de etileno, preferiblemente como una película monocapa, y al menos una capa adicional, tal como vidrio o una superficie de un dispositivo electrónico tal como una celda fotovoltaica.

Pueden emplearse capas de muchos tipos de materiales en estructuras laminadas con películas de interpolímero de etileno según la invención. Se prefieren los materiales de transmisión de luz tales como vidrio, que son adecuados para su uso con celdas PV para producir estructuras estratificadas de módulo PV. Cuando se usa en ciertas realizaciones de la presente invención, “vidrio” se refiere a un sólido duro, quebradizo y transparente, tal como el usado para ventanas, muchas botellas o gafas, incluyendo, entre otros, vidrio sodocálcico, vidrio de borosilicato, azúcar glass, cola de pescado (vidrio de Muscovy) u oxinitruro de aluminio. En el sentido técnico, el vidrio es un producto inorgánico de fusión que se ha enfriado hasta una condición rígida sin cristalizar. Muchos vidrios contienen sílice como su componente principal y formador de vidrio.

El vidrio de dióxido de silicio puro (SiO<sub>2</sub>) (el mismo compuesto químico que el cuarzo o, en su forma policristalina, la arena) no absorbe la luz ultravioleta y se utiliza para aplicaciones que requieren transparencia en esta región. Los grandes cristales naturales de cuarzo son dióxido de silicio puro y, tras la trituración, se usan para vidrios especiales de alta calidad. La sílice amorfa sintética, una forma de cuarzo casi del 100 %, es la materia prima para los vidrios especiales más caros.

La capa de vidrio de la estructura laminada es típicamente una de, sin limitación, vidrio de ventana, vidrio en placa, vidrio de silicato, vidrio en láminas, vidrio flotado, vidrio coloreado, vidrio especial que puede, por ejemplo, incluir ingredientes para controlar el calentamiento solar, vidrio revestido con metales pulverizados tales como plata, vidrio recubierto con óxido de antimonio y estaño y/u óxido de indio y estaño, vidrio E y vidrio Solexia™ (disponible en PPG Industries de Pittsburgh, PA).

Alternativamente al vidrio o además del vidrio, se pueden emplear otros materiales conocidos para una o más de las capas con las que se emplean las películas de laminación según la presente invención. Estas capas, a veces denominadas en diversos tipos de estructuras como cubiertas, protectores, superiores y/o capas traseras, pueden ser uno o más de los materiales de lámina rígidos o flexibles conocidos, que incluyen, por ejemplo, materiales tales como policarbonato, polímeros acrílicos, un poliacrilato, una poliolefina cíclica tal como etileno norborneno, poliestireno catalizado por metaloceno, tereftalato de polietileno, naftalato de polietileno, fluoropolímeros tales como ETFE (etileno-tetrafluoroetileno), PVF (fluoruro de polivinilo), FEP (fluoroetileno-propileno), ECTFE (etileno-clorotrifluoroetileno), PVDF (fluoruro de polivinilideno) y muchos otros tipos de materiales plásticos, poliméricos o metálicos, incluidos laminados, mezclas o aleaciones de dos o más de estos materiales. La ubicación de las capas particulares y la necesidad de transmisión de luz y/u otras propiedades físicas específicas determinarían las selecciones de material específico.

Una estructura laminada y un método de ejemplo para su preparación (como se ejemplifica en una realización en la que se emplea una capa de vidrio) comprende las etapas de:

A. colocar la película y el vidrio (u otra capa) con una superficie facial de la capa de vidrio en contacto facial con la superficie facial de la superficie facial de interpolímero de etileno que contiene silano de la película;

B. laminar y adherir la película a la capa de vidrio a una temperatura de laminación que proporciona un contacto adherente entre las superficies faciales en contacto de la película y el vidrio, opcionalmente (si se desea la reticulación y se pretende que se realice en este momento), reticulando la capa de interpolímero de etileno que contiene silano.

Las estructuras laminadas preferidas incluyen módulos PV que comprenden tanto una capa de vidrio como una celda fotovoltaica que se lamina a la capa de vidrio con una película según la presente invención; así como otras capas conocidas utilizadas en dichos módulos. La capa de interpolímero de etileno se aplica en estructuras laminadas de cualquier manera adecuada al vidrio u otra capa, mediante cualquier proceso conocido en la técnica, por ejemplo, laminación al vacío, extrusión, calandrado, fundición en solución o moldeo por inyección.

Estas estructuras pueden construirse mediante uno cualquiera de varios métodos diferentes. Por ejemplo, en un método para construir una estructura laminada de módulo PV, la estructura se construye simplemente capa sobre capa donde, una superficie facial de la película de interpolímero de etileno se pone en contacto adherente con una superficie facial del vidrio u otra capa frontal protectora, seguido de la ubicación o aplicación de una superficie fotovoltaica de una celda PV generalmente en forma plana en contacto adherente con la otra superficie facial de la película de interpolímero de etileno. Preferiblemente, otra capa de una película encapsulante, opcionalmente la película de interpolímero de etileno según la invención, se pone en contacto adherente con la otra superficie de la celda PV.

Las películas de interpolímero de etileno de la presente invención se pueden usar para construir módulos de dispositivos electrónicos, por ejemplo, celdas fotovoltaicas o solares, de la misma manera y usando las mismas cantidades que los materiales encapsulantes conocidos en la técnica, por ejemplo, tales como los que se enseñan en los documentos USP 6.586.271, las publicaciones de patente estadounidense US 2001/0045229 A1, WO 99/05206 y WO 99/04971. Estos materiales se pueden usar como “cubiertas” para el dispositivo electrónico, es decir, aplicados a una o ambas superficies frontales del dispositivo, o como un encapsulante en el que el dispositivo está totalmente encerrado dentro del material.

En un aspecto preferido de la invención, las estructuras fotovoltaicas laminadas de esta invención son estructuras como las representadas en la figura 1 que comprenden en secuencia, comenzando desde la capa “superior” con la que la luz entra en contacto inicialmente: (i) una capa de lámina superior o lámina de cubierta 13 que recibe y transmite luz, (ii) una capa de película encapsulante de interpolímero de etileno que contiene silano 12a según la presente invención (que contiene opcionalmente otras capas o componentes internos que no afectan adversa o perjudicialmente a la adhesión y transmisión de luz), (iii) celdas fotovoltaicas 11, (iv) si es necesario, una segunda capa de película encapsulante de interpolímero de etileno que contiene silano 12b (opcionalmente según la presente invención) y, (v) si es necesario, una lámina o capa posterior 14, también denominada “lámina posterior”, que comprende un sustrato de capa posterior de estructura de película de vidrio u otro polímero. Generalmente, como se muestra en la figura 1, las estructuras de dispositivo electrónico laminado incluirán ambas capas: 12b, la segunda capa de película encapsulante, preferiblemente igual o similar a la capa encapsulante superior 12a, y 14a, la capa de lámina posterior, unida a la capa 12a de cualquier forma conocida, tal como un adhesivo o una capa adhesiva.

En cualquier caso, en un proceso de laminación para construir un módulo PV laminado como se representa en la figura 1, al menos las siguientes capas se ponen en contacto facial:

- una capa de lámina superior receptora de luz 13 (por ejemplo, una capa de vidrio) que tiene una superficie facial “exterior” receptora de luz y una superficie facial “interior”;
- una capa de película de interpolímero de etileno que contiene silano 12a que tiene una superficie facial dirigida hacia la capa superior 13 y otra dirigida hacia las superficies reactivas a la luz de las celdas fotovoltaicas 11 y que sirve para sellar y encapsular la superficie de la celda fotovoltaica junto con la capa 12b o la capa 14;
- celdas PV 11;
- si es necesario, una segunda capa de película encapsulante 12b (opcionalmente según la presente invención); y
- una capa posterior 14 que comprende vidrio u otro sustrato de capa posterior.

Con las capas o subconjuntos de capas montados en las ubicaciones deseadas, el proceso de ensamblaje requiere típicamente una etapa de laminación con calentamiento y compresión en condiciones suficientes para crear la

adhesión necesaria entre las capas. En general, las temperaturas de laminación dependerán de que se empleen los materiales de capa de interpolímero de etileno específicos y las temperaturas necesarias para lograr su adhesión. En general, en el extremo inferior, las temperaturas de laminación deben ser de al menos 130 °C, preferiblemente al menos 140 °C y, en el extremo superior, inferior o igual a 170 °C, preferiblemente inferior o igual a 160 °C.

En procesos y estructuras como este, estas películas pueden usarse como “coberturas” para encapsular las celdas fotovoltaicas en módulos fotovoltaicos, es decir, aplicarse a una o ambas superficies frontales de la celda como un encapsulante en el que el dispositivo está totalmente encerrado dentro de las películas. Las estructuras se pueden construir mediante cualquiera de varios métodos diferentes. Por ejemplo, en un método, la estructura se construye simplemente capa sobre capa, por ejemplo, la primera capa de película encapsulante de poliolefina que contiene alcoxilano se aplica de cualquier manera adecuada al vidrio, seguido de la aplicación de la celda fotovoltaica, la segunda capa de película encapsulante y la capa posterior.

En un módulo fotovoltaico típico, como se muestra en la figura 1, un conjunto de celdas 11 se agrupan juntos, alinean y conectan en serie y encapsulados. El módulo, que comprende varias celdas PV 11, está enmarcado para un fácil manejo y ensamblaje como se representa por el bastidor 15. El bastidor 15 también está conectado a tierra 18 para evitar riesgos de choque. Pero, con el potencial entre los dos cables conductores 16 y 17 de electrodo de una serie de celdas que exceden cien voltios y el aislamiento entre el bastidor 15 y las celdas 11 (y las conexiones eléctricas 16 y 17) no son perfectas, este sesgo o potencial da como resultado un flujo de corriente de fuga que, aunque pequeño, no es despreciable. Dependiendo de la tecnología específica, se ha demostrado que esta corriente tiene diferentes impactos perjudiciales en el rendimiento del sistema a largo plazo, incluida la corrosión de las capas conductoras en las celdas, la deslaminación de capas de película delgada y la pérdida general de eficiencia de la generación de energía. Este impacto se ha denominado degradación inducida potencial (“PID”).

Como se analiza en “System Voltage Potential-Induced Degradation Mechanisms in PV Modules and Methods for Test”, 37th IEEE PVSC, Seattle, USA (2011), por P.Hacke et al., DFI se puede probar para la comparación del aislamiento y resistividad de diferentes películas de encapsulación de manera acelerada en el laboratorio. Para esta prueba, los módulos fotovoltaicos de prueba de una sola celda se fabrican con la estructura general que se muestra con referencia a las figuras 2 y 3. Como se muestra desde una vista superior en la figura 3, se prepara un solo módulo de celdas usando una celda solar de silicio mono-cristalina 311. Las barras colectoras 340 y 350 están soldadas a los conductores de cinta que salen de la parte superior (conductor de cinta 341) y de la parte inferior (conductor de cinta 342) de la celda y terminan en una caja de conexiones 331 que puede usarse para probar el rendimiento de la celda o en cortocircuito durante la prueba PID. Como se muestra la estructura laminada del módulo en la figura 2, la celda se lamina con una lámina de cubierta de vidrio solar 213, agregando una capa “superior” (212a) de película encapsulante, colocando la celda soldada 211 boca abajo a una distancia uniforme de los bordes en tres lados, colocando otra capa de encapsulante 212b y una lámina posterior protectora 214 y laminando a 150 °C para producir el módulo de celda única. Los cables 216 y 217 se proyectan fuera de la lámina de respaldo haciendo hendiduras necesarias en el encapsulante posterior y el encapsulante posterior. Se fija una caja de conexiones 231 a los cables y la caja se adhiere a la lámina posterior. El módulo tiene un bastidor 215.

Antes de la prueba PID, los módulos se “actualizan”, lo que significa que se prueban para medir la potencia de salida y la eficiencia de los módulos nuevos. Para la prueba PID, el conjunto de celdas tiene los electrodos de la celda en cortocircuito (los electrodos positivo y negativo conectados eléctricamente), diseñados para aislar las celdas del flujo de corriente externo mediante las capas de película de encapsulación. El conjunto de celdas se coloca luego en un horno a 85 °C. Se aplica una tensión de -1000 V con el terminal negativo de la fuente de tensión unida a las celdas y el terminal positivo de la fuente de tensión unida al bastidor 215. El potencial se aplica durante 7 días y se controla la corriente de fuga. El módulo se saca, se retira el cortocircuito y se evapora el módulo para medir la potencia y la eficiencia de potencia. El % de caída de energía se calcula entre los valores de salida de energía del módulo nuevo y el módulo probado en el horno y la caída de energía se denomina valor PID del módulo.

Se desea que las películas tengan valores de PID lo más bajos posible según esta prueba, proporcionando las películas según la presente invención valores menores o iguales al 23 %, preferiblemente menores o iguales al 22 %, preferiblemente menores o iguales a 21 % y más preferiblemente menos de o igual a 20 %.

En una realización, el módulo fotovoltaico comprende (i) al menos una celda fotovoltaica, típicamente una pluralidad de tales dispositivos dispuestos en un patrón lineal o plano, (ii) al menos una lámina de cubierta o capa protectora en la superficie prevista para el contacto con la luz, (por ejemplo, un vidrio u otra lámina de cubierta sobre ambas superficies de cara del dispositivo), y (iii) al menos una capa de película según la presente invención para la encapsulación de la celda. Las capas de película de encapsulación normalmente se disponen entre la(s) hoja(s) de cubierta y las celdas y exhiben buena adhesión tanto al dispositivo como a la hoja de cubierta, baja contracción y buena transparencia para la radiación solar, por ejemplo, velocidades de transmisión superiores a al menos 80, preferiblemente al menos 85, preferiblemente al menos 90 y más preferiblemente más del 95 por ciento medido mediante espectroscopia UV-vis (midiendo la absorbancia en el rango de longitud de onda de 280-1200 nanómetros). Una medida alternativa de la transparencia es el método de turbidez interna de la norma ASTM D- 1003-00. Si la transparencia no es un requisito para el funcionamiento del dispositivo electrónico, entonces el material polimérico puede contener carga y/o pigmento opaco.

**Experimentos**

5 A menos que se indique lo contrario, implícito en el contexto o convencional en la técnica, todas las partes y porcentajes se basan en peso.

10 Los interpolímeros de etileno/octeno resumidos en la tabla siguiente (que no contienen silano) y que tienen contenidos de comonómero de octeno de entre 4 y 15 % en moles, se moldean por compresión en películas y se prueban sus propiedades de resistencia y aislamiento eléctrico como se describe a continuación. Los materiales de polímero A en las películas 1 y 2 a continuación son generalmente similares basándose en una densidad de 0,902 g/cm<sup>3</sup>, pero difieren, como se muestra, en si se utilizan o no sistemas cocatalizadores que contienen boro. Asimismo, los materiales poliméricos B en las películas 3 y 4 siguientes son generalmente similares basándose en una densidad de 0,87 g/cm<sup>3</sup>, pero difieren, como se muestra, en si se utilizan sistemas cocatalizadores que contienen boro. Los catalizadores y cocatalizadores empleados, como se indica en la siguiente tabla para los interpolímeros, son:

15 DOC 6114 - Circonio, dimetil[[2,2"-[1,3-propanodiolbis(oxi-kO)]]bis[3",5,5"-tris(1,1-dimetiletil)-5'-metil[1,1':3',1"-terpenil]-2'-olato-KO]](2-)]

20 CGC7 - Titanio, [N-(1,1-dimetiletil)-1,1-dimetil-1-[(1,2,3,4,5-η)-2,3,4,5-tetrametil-2, 4-ciclopentadien-1-il]-silanaminato(2-)-N][η4 - 1,3-pentadieno]-

MMAO - metil aluminoxano modificado

25 FAB - \_tris-pentafluorofenil borano

RIBS-2 - bis(alquil de sebo hidrogenado)metilamonio, tetrakis(pentafluorofenil)borato

30 La densidad del interpolímero se calcula según la norma ASTM D-792, el módulo de flexión se calcula según la norma ASTM D-790, el módulo secante al 2 % y el módulo de tracción se calcula como módulo secante al 2 %.

35 Preparación de la película de prueba: se pesan aproximadamente 2,0 gramos de la resina indicada y se colocan entre papeles de silicona, que luego se colocan entre dos placas de metal que, al cerrarse entre sí, dejan un espacio de 0,508 milímetros (0,02 pulgadas) entre ellas. Luego, las placas se colocan en la prensa de platina a 148,9 °C (300 °F) y 11,4 toneladas métricas (25 toneladas) de presión durante 1 minuto, y luego se colocan durante 30 segundos en la parte fría de la prensa a 11,4 toneladas métricas (25 toneladas) de presión. La muestra se comprime hasta formar una película que es aproximadamente circular, de aproximadamente 101,6 mm (4 pulgadas) de diámetro y aproximadamente 457 μ (18 milésimas de pulgada) de espesor.

40 La muestra se comprime hasta formar una película que es aproximadamente circular, de aproximadamente 101,6 mm (4 pulgadas) de diámetro y aproximadamente 457 μ (18 milésimas de pulgada) de espesor. Se utiliza un dispositivo de prueba de resistividad Keithley 8009 con un electrómetro 6517. El dispositivo de prueba, ubicado en la caja de prueba de resistividad eléctrica, se coloca en un horno calentado a 60 °C y el electrómetro se pone a cero. La película moldeada por compresión se coloca en el dispositivo de fijación en el horno para ensayo. La corriente de fuga (I) se mide después de aplicar 1000 V a través de la película. Los datos después de 10 minutos de aplicación de voltaje (V) se informan como la corriente de fuga. La resistividad v(R) se calcula entonces tomando el espesor (t) de la película en consideración usando la siguiente relación:  $R = A \cdot V / (I \cdot t)$ , donde R es la resistividad del volumen en Ohm-cm, A es el área de los electrodos en cm<sup>2</sup>, V es el voltaje, I es la corriente en amperios, t es el espesor del película en cm. Los resultados de las pruebas se resumen en la siguiente tabla:

50 N.º de película	Catalizador	sistema de cocatalizador	Boro	[Al]	Densidad	Módulo de flexión	Resistividad volumétrica
			(ppm)	(ppm)	(g/cm <sup>3</sup> )	(MPa)	(ohm cm)
55 1**	DOC 6114	MMAO	<1,4	<50	0,902	72	1,18E+16
2*	CGC7	FAB+MMAO	>1,4	<20	0,902	72	1,27E+15
3*	CGC7	FAB+MMAO	>1,4	<20	0,87	10,8	2,39E+15
60 4**	DOC6114	MMAO	<1,4	<50	0,87	10,8	1,36E+16
*Control - no es un ejemplo de la presente invención.							
**No entra dentro del alcance de la presente invención							

65

## ES 2 984 619 T3

Como puede observarse, la resistividad volumétrica se aumenta significativamente en las películas 1 y 4 de interpolímero de etileno de bajo contenido de boro en comparación con las dos películas 2 y 3 similares de otra manera que contienen boro residual del sistema de cocatalizador que contiene boro utilizado.

5 Los interpolímeros de etileno descritos anteriormente se injertan con silano para proporcionar 1,7 por ciento en peso de contenido de silano en el interpolímero injertado, moldeado por compresión en películas, y probado para sus propiedades de resistencia de aislamiento eléctrico.

10 Para obtener películas fácilmente procesables, se mezclan mezclas del 60 % en peso de polímero que contiene boro tal como se usa en la película 2\* y el 40 % en peso de polímero que contiene boro tal como se usa en la película 3\* y se injerta silano con el 1,7 % en peso de vinil trimetoxisilano. De manera similar, se mezclan el 60 % en peso de polímero sin boro como se usa en la película 1 y el 40 % en peso de polímero sin boro como se usa en la película 4 y se injerta silano con el 1,7 % en peso de viniltrimetoxisilano. Los gránulos injertados se moldean por compresión usando el mismo procedimiento que se ha indicado anteriormente. Por lo tanto, las películas se preparan con mezclas preparadas a partir de ambos polímeros con cocatalizador FAB y ambos polímeros sin cocatalizador FAB. La reticulación de la película de interpolímero de etileno se prueba mediante la norma ASTM 2765-95 y el polímero reticulado se mide como % de gel.

N.º de película	Catálisis de polímero	sistema de cocatalizador	Boro (ppm)	[Al] (ppm)	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	Módulo de tracción (MPa)	Resistividad (ohm cm)	% de gel	
5	DOC6114	MMAO	<1,4	<50	0,882	11,6	1,17E+16	66	
25	6*	CGC7	FAB+MMAO	>1,4	<20	0,882	11,6	2,38E+15	67

\*No es un ejemplo de la presente invención

30 Según esta prueba, los módulos preparados usando la película 5 como encapsulante tienen mayor resistividad volumétrica a la pérdida de corriente que con el uso de una película 6 similar al encapsulante y, por lo tanto, menos degradación de las celdas (y, a su vez, será más resistente PID).

35 Pruebas de degradación potencial inducida: los módulos están fabricados para pruebas PID como se describió anteriormente y tienen la estructura general que se muestra en las figuras 2 y 3 y se prueban. Las películas de polímero de etileno n.º 5 y 6 anteriores se utilizan cada una como capas de película de encapsulación superior e inferior en la preparación de los módulos fotovoltaicos probados a continuación. Además, se prepara un módulo usando una película de copolímero de etileno-acetato de vinilo ("EVA") injertada con silano como capas de película de encapsulación. (Véase la estructura y ubicaciones de las capas 212a y 212b de película de encapsulación en la figura 2). La película de EVA se compara, ya que generalmente es representativa de las películas de encapsulación disponibles comercialmente actuales.

40 Para esta prueba, como se muestra desde una vista superior en la figura 3, el módulo 301, es de 20,3 cm por 25,4 cm (8 pulgadas por 10 pulgadas) y se prepara usando una sola celda solar de silicio monocristalino 311 de 15,4 cm por 15,4 cm (6 pulgadas por 6 pulgadas). Las barras 340 y 350 de distribución están soldadas sobre el lado superior y los cables (341 y 351, respectivamente) de cinta lateral inferior que provienen de la celda con un espacio de 6,35 mm (un cuarto de pulgada) entre la barra colectora y la celda a lo largo del perímetro de la celda y termina en una caja 331 de unión (situada en el lado inferior del módulo). La estructura laminada de celda es como se representa en la Figura 2 y se prepara comenzando con una lámina de cubierta de vidrio solar 213 de 3,2 mm, agregando una capa "superior" (212a) de película encapsulante, colocando la celda soldada 211 boca abajo con una capa de 12,7 mm (media pulgada) espacio desde los bordes en tres lados, colocando otra capa de encapsulante 212b y una lámina posterior protectora 214 y laminando a 150 °C para producir el módulo de celda única. Los cables 216 y 217 se proyectan fuera de la lámina de respaldo haciendo hendiduras necesarias en el encapsulante posterior y el encapsulante posterior. Se fija una caja de conexiones 231 a los cables y la caja se adhiere a la lámina posterior. Dos cables que tienen conectores MC4 están unidos a la caja de conexiones que indica los electrodos positivos y negativos. La lámina de aluminio se coloca alrededor de los bordes del módulo en una configuración de entramado.

55 Antes de la prueba PID, los módulos se "actualizan", lo que significa que se prueban para medir la potencia de salida y la eficiencia de los módulos nuevos. La celda tiene entonces los electrodos de la celda de cortocircuito y, por lo tanto, se aísla del flujo de corriente externo por las capas de película de encapsulación. El módulo se coloca entonces en un horno a 85 °C. Se aplica una tensión de -1000 V con el terminal negativo de la fuente de tensión unida a la celda y el terminal positivo de la fuente de voltaje unida a la lámina de aluminio (representativa de la conductancia de un marco de módulo metálico). El potencial se aplica durante 7 días y se controla la corriente de fuga. El módulo se saca, se retira el cortocircuito y se evapora el módulo para medir la potencia y la eficiencia de potencia. El % de caída de potencia se calcula entre los valores de salida de potencia del módulo nuevo y el módulo probado en horno. La caída de potencia se atribuye al PID del módulo.

## ES 2 984 619 T3

N.º de película	Catalizador	sistema de cocatalizador	% de pérdida de potencia después de PID
5	DOC6114	MMAO	18,4
6*	CGC7	FAB+MMAO	23,7
EVA	Tecnología de película encapsulante comercial actual		96,5
*No es un ejemplo de la presente invención			

5

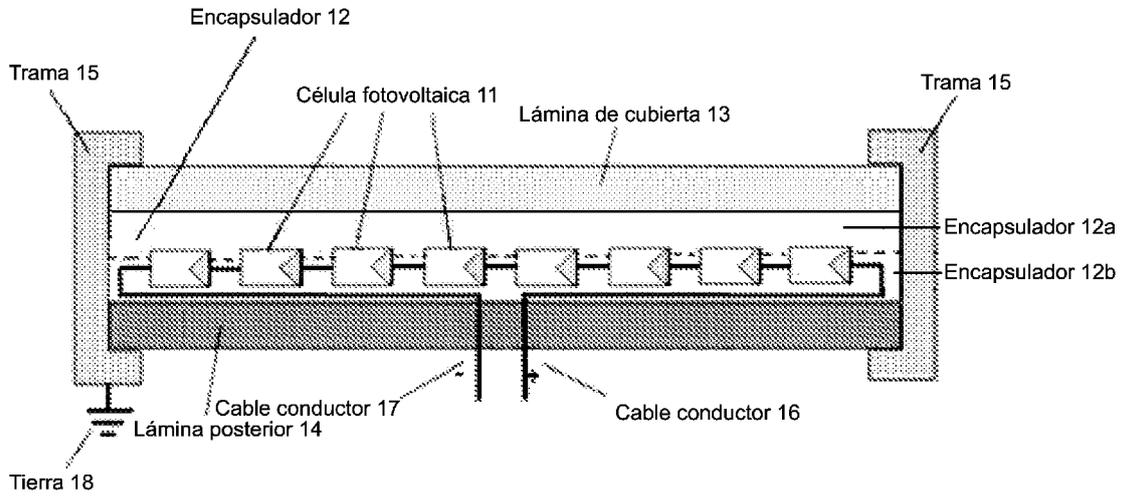
10

Según esta prueba, en comparación con la película 6 similar no según la invención, la película 5 no contiene cocatalizador que contiene boro y proporciona mayor resistencia al PID (medido por una mejor retención de la salida de potencia celular). Esto acepta el mayor valor de resistividad volumétrica para la película 5 como se muestra anteriormente. Se observa que las películas de EVA tienen una pérdida de potencia considerablemente mayor.

REIVINDICACIONES

1. Una película de interpolímero de etileno que tiene una o más capas, que comprende una capa de superficie que comprende:
- 5 (A)un interpolímero de etileno que contiene silano que comprende
- (1)un interpolímero de etileno que tiene una densidad de más de 0,85 g/cm<sup>3</sup> a menos de 0,905 g/cm<sup>3</sup>, y
- 10 (2)desde al menos el 1,2 por ciento en menos de o igual al 5 por ciento en peso de alcoxisilano;
- caracterizado porque:**
- 15 (3)tiene una resistividad volumétrica superior a  $5 \times 10^{15}$  ohm-cm como se mide a 60 °C, y
- (4)tiene, después de la reticulación, un contenido de gel de al menos el 60 % en donde el interpolímero de etileno tiene un contenido de boro residual de menos de 10 ppm y un contenido de aluminio residual de menos de 100 ppm, ambos contenidos basados en peso de interpolímero de etileno, y en donde el interpolímero de etileno se selecciona del grupo que comprende polietileno de muy baja densidad, interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina lineales homogéneamente ramificados, y polímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina sustancialmente lineales homogéneamente ramificados, en donde el interpolímero de etileno se prepara usando un catalizador que comprende un complejo de ligandos de bis-(bifenilfenol) coordinados a través de átomos de oxígeno a un metal de transición; y en donde el interpolímero de etileno se prepara usando un cocatalizador que consiste en un cocatalizador de tipo metilaluminoxano modificado y que excluye sustancialmente cualquier cocatalizador que contiene boro.
- 20
2. La película de interpolímero de etileno según la reivindicación 1 en donde el metal de transición se selecciona del grupo que consiste en Ti, Zr y Hf.
- 30
3. La película de etileno interpolímero según la reivindicación 2 en donde el complejo es [2,2''-[1,3-propanodibis(oxi-kO)]bis[3'',5,5''-tris(1,1-dimetiletil)-5'-metil[1,1':3',1''-terfenil]-2'-olato-kO]]dimetil.
- 35
4. La película de interpolímero de etileno según la reivindicación 1 en donde el interpolímero de etileno es un interpolímero de etileno sustancialmente lineal.
5. La película de interpolímero de etileno según la reivindicación 1 en la que el interpolímero de etileno está reticulado y el interpolímero de etileno reticulado contiene al menos aproximadamente el 15 por ciento de interpolímero reticulado medido al contener menos de aproximadamente el 85 por ciento de extraíbles solubles en xileno como se mide por la norma ASTM 2765-95.
- 40
6. La película de interpolímero de etileno según la reivindicación 1 en la que el interpolímero de etileno se injerta con un vinilsilano seleccionado de vinil tri-etoxisilano y vinil tri-metoxisilano.
- 45
7. Un módulo electrónico de dispositivo electrónico laminado que comprende:
- A.al menos un dispositivo electrónico, y
- 50 B.una película de interpolímero de etileno según la reivindicación 1 en contacto íntimo con al menos una superficie del dispositivo electrónico.
8. El módulo según la reivindicación 7 en el que el dispositivo electrónico es una célula fotovoltaica.
9. El módulo de estructura laminada según la reivindicación 8 que comprende en secuencia:
- 55 (i)una capa de lámina de cubierta de recepción y transmisión de luz,
- (ii)una capa de película encapsulante que comprende una película de interpolímero de etileno según una de las reivindicaciones 1 a 6 anteriores,
- (iii)una o más celdas fotovoltaicas,
- 60 (iv)una segunda capa de película encapsulante que comprende una película de interpolímero de etileno según una de las reivindicaciones 1 a 6, y
- (v)opcionalmente, una capa de lámina de respaldo.
10. Un módulo de estructura laminada según la reivindicación 9, que, cuando se prueba para determinar la degradación inducida potencial ("PID"), tiene valores PID de menos de o igual a aproximadamente el 23 %.
- 65

**Figura 1**



**Figura 2**

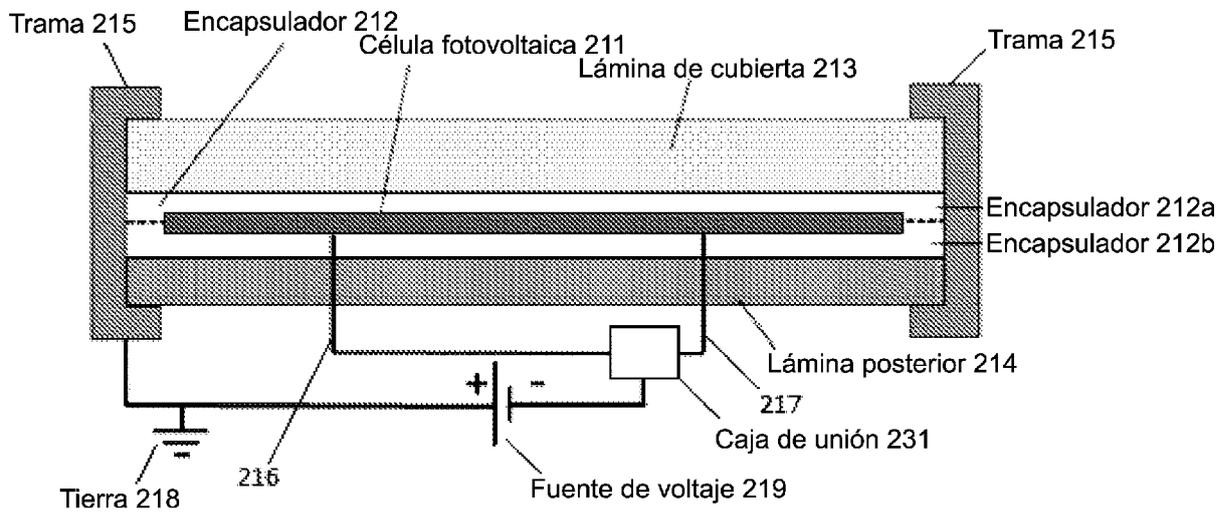


Figura 3

