

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2007-0106619 (43) 공개일자 2007년11월02일
(51) Int. Cl. <i>C03C 27/12</i> (2006.01) <i>C09K 3/00</i> (2006.01) <i>C09J 129/14</i> (2006.01)		(71) 출원인 세키스이가가쿠 고교가부시킴이샤 일본 오사카후 오사카시 기타구 니시텐마 2조메 4-4
(21) 출원번호 10-2007-7019548		(72) 발명자 마루모토, 다다시 일본 5288585 시가켄 고카시 미나꾸찌쵸 이즈미 1259세키스이가가쿠 고교가부시킴이샤 내
(22) 출원일자 2007년08월27일 심사청구일자 없음 번역문제출일자 2007년08월27일		(74) 대리인 박보현, 장수길
(86) 국제출원번호 PCT/JP2006/301751 국제출원일자 2006년02월02일		
(87) 국제공개번호 WO 2006/092923 국제공개일자 2006년09월08일		
(30) 우선권주장 JP-P-2005-00054700 2005년02월28일 일본(JP)		

전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 합판 유리용 착색 중간막 및 합판 유리

(57) 요약

본 발명은 합판 유리용 중간막으로서의 기본 성능을 유지하면서, 적외선 차폐성이 우수하고, 흡습하더라도 중간막부가 백화되지 않는 합판 유리용 착색 중간막 및 이를 이용한 합판 유리를 제공하는 것을 목적으로 한다. 본 발명의 합판 유리용 착색 중간막은 폴리비닐 아세탈 수지, 착색제 및 적외선 차폐제를 함유하는 수지 조성물을 포함하는 합판 유리용 착색 중간막이며, 수지 조성물이 추가로 폴리비닐 아세탈 수지 100 중량부에 대하여 5 중량부 이하의 비율로 인산 에스테르 화합물을 함유하는 것을 특징으로 한다.

특허청구의 범위

청구항 1

폴리비닐 아세탈 수지, 착색제 및 적외선 차폐제를 함유하는 수지 조성물을 포함하는 합판(laminated) 유리용 착색 중간막이며, 수지 조성물이 추가로 폴리비닐 아세탈 수지 100 중량부에 대하여 5 중량부 이하의 비율로 인산 에스테르 화합물을 함유하는 것을 특징으로 하는 합판 유리용 착색 중간막.

청구항 2

제1항에 있어서, 인산 에스테르 화합물이 트리알킬 포스페이트, 트리알콕시알킬 포스페이트, 트리아릴 포스페이트 또는 알킬 아릴 포스페이트인 합판 유리용 착색 중간막.

청구항 3

제1항에 있어서, 인산 에스테르 화합물이 트리옥틸 포스페이트, 트라이소프로필 포스페이트, 트리부톡시에틸 포스페이트, 트리카레실 포스페이트 또는 이소데실페닐 포스페이트인 합판 유리용 착색 중간막.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 인산 에스테르 화합물의 함유량이 폴리비닐 아세탈 수지 100 중량부에 대하여 0.001 내지 5 중량%인 합판 유리용 착색 중간막.

청구항 5

적어도 한쌍의 유리 사이에 제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 기재된 합판 유리용 착색 중간막을 개재시켜 이루어지는 것을 특징으로 하는 합판 유리.

명세서

기술 분야

<1> 본 발명은 합판 유리용 착색 중간막 및 상기 합판 유리용 착색 중간막을 이용한 합판 유리에 관한 것이다.

배경 기술

<2> 종래부터, 적어도 2장의 유리판 사이에 폴리비닐부티랄 수지를 포함하는 중간막이 협착되어 이루어지는 합판 유리는 투명성, 내후성, 접착성 및 내관통성이 우수하고, 또한 유리 파편이 잘 비산되지 않는 등의 성능을 기본 성능으로 갖고 있기 때문에, 예를 들면, 자동차나 건축물의 창 유리에 널리 사용되고 있다.

<3> 또한, 합판 유리의 심미성을 높이기 위해 폴리비닐 아세탈 수지에 착색제를 함유시킨 착색 중간막을 이용한 합판 유리도 널리 사용되고 있다.

<4> 그러나, 착색 중간막은 습도가 높은 분위기 중에 두면 백화되어, 착색 중간막 본래의 색이 하얗게 변색될 우려가 있었다. 또한, 착색 중간막에서는 투명성이 높은 것이 요망되지만, 광선 투과율이 50%를 초과하는 것과 같은 착색 중간막에서는 미미한 백화라도 변색이 눈에 띄기 쉬운 문제가 있다. 이 때문에, 착색 중간막의 백화를 방지하여 착색 중간막 본래의 색을 유지할 수 있는 합판 유리용 착색 중간막 및 이를 이용한 합판 유리의 개발이 요망되었다.

발명의 상세한 설명

<5> <발명이 해결하려는 과제>

<6> 본 발명의 목적은 합판 유리용 중간막으로서의 기본 성능을 유지하면서, 적외선 차폐성이 우수하고, 또한 흡습 하더라도 중간막부가 백화되지 않는 합판 유리용 착색 중간막 및 이를 이용한 합판 유리를 제공하는 데에 있다. 본 발명의 다른 목적은 투명성이 높음에도 불구하고 백화가 방지되어 본래의 색조를 계속 유지할 수 있고, 게다가 낮은 적외선 투과율을 유지할 수 있는 착색 중간막 및 이를 이용한 합판 유리를 제공하는 데에 있다.

<7> <과제를 해결하기 위한 수단>

- <8> 본 발명자들은 상기 목적을 달성하기 위해 예의 검토한 결과, 폴리비닐 아세탈 수지, 착색제, 및 적외선 차폐제를 함유하는 수지 조성물을 포함하는 합판 유리용 착색 중간막에 있어서, 수지 조성물에 추가로 폴리비닐 아세탈 수지 100 중량부에 대하여 5 중량부 이하의 비율로 인산 에스테르 화합물을 함유시킴으로써 상기 과제를 일거에 해결할 수 있음을 발견하여, 더욱 검토를 거듭함으로써 본 발명을 완성시켰다.
- <9> 즉, 본 발명은
- <10> (1) 폴리비닐 아세탈 수지, 착색제, 및 적외선 차폐제를 함유하는 수지 조성물을 포함하는 합판 유리용 착색 중간막이며, 수지 조성물이 추가로 폴리비닐 아세탈 수지 100 중량부에 대하여 5 중량부 이하의 비율로 인산 에스테르 화합물을 함유하는 것을 특징으로 하는 합판 유리용 착색 중간막,
- <11> (2) 인산 에스테르 화합물이 트리알킬 포스페이트, 트리알콕시알킬 포스페이트, 트리아릴 포스페이트 또는 알킬아릴 포스페이트인 상기 (1)에 기재된 합판 유리용 착색 중간막,
- <12> (3) 인산 에스테르 화합물이 트리옥틸 포스페이트, 트리이소프로필 포스페이트, 트리부톡시에틸 포스페이트, 트리크레실 포스페이트 또는 이소데실페닐 포스페이트인 상기 (1)에 기재된 합판 유리용 착색 중간막,
- <13> (4) 인산 에스테르 화합물의 함유량이 폴리비닐 아세탈 수지 100 중량부에 대하여 0.001 내지 5 중량%인 상기 (1) 내지 (3) 중 어느 한 항에 기재된 합판 유리용 착색 중간막, 및
- <14> (5) 적어도 한쌍의 유리 사이에 상기 (1) 내지 (4) 중 어느 한 항에 기재된 합판 유리용 착색 중간막을 개재시켜 이루어지는 것을 특징으로 하는 합판 유리에 관한 것이다.
- <15> <발명의 효과>
- <16> 본 발명의 합판 유리용 착색 중간막 및 이를 이용한 합판 유리는 합판 유리용 중간막 또는 합판 유리로서의 기본 성능을 유지하면서, 적외선 차폐성이 우수하고, 또한 백화되지 않는 효과를 갖는다. 또한, 본 발명의 합판 유리용 착색 중간막 및 이를 이용한 합판 유리는 투명성이 높으면서, 적외선 차폐성이 우수하고, 또한 백화를 방지하여 본래의 색조를 계속 유지할 수 있는 효과를 갖는다.
- <17> <발명을 실시하기 위한 최선의 형태>
- <18> 본 발명의 합판 유리용 착색 중간막은 폴리비닐 아세탈 수지, 착색제 및 적외선 차폐제를 함유하는 수지 조성물을 포함하는 합판 유리용 착색 중간막이며, 수지 조성물이 추가로 폴리비닐 아세탈 수지 100 중량부에 대하여 5 중량부 이하의 비율로 인산 에스테르 화합물을 함유하는 것을 특징으로 한다.
- <19> 본 발명에서 사용되는 인산 에스테르 화합물로서는, 예를 들면 트리알킬 포스페이트, 트리알콕시알킬 포스페이트, 트리아릴 포스페이트, 알킬·아릴 포스페이트 등을 들 수 있고, 여기서 "알킬"이란 탄소수 1 내지 12의 알킬기를 말하고, "아릴"이란 치환기로 치환될 수 있는 방향족 탄화수소기(예를 들면, 탄소수 1 내지 4의 저급 알킬, 탄소수 1 내지 4의 저급 알콕시 등의 치환기로 치환될 수 있는 페닐기)를 말한다. 상기 인산 에스테르 화합물의 보다 구체적인 예로서는, 예를 들면 트리옥틸 포스페이트, 트리이소프로필 포스페이트, 트리부톡시에틸 포스페이트, 트리크레실 포스페이트, 이소데실페닐 포스페이트 등을 들 수 있다.
- <20> 상기 인산 에스테르 화합물의 함유량은 폴리비닐 아세탈 수지 100 중량부에 대하여 5 중량부 이하이고, 통상 0.001 내지 5 중량부이다.
- <21> 본 발명에서 사용되는 폴리비닐 아세탈 수지로서는 평균 아세탈화도 40 내지 75몰%의 것이 바람직하다. 40몰% 미만이면, 가소제와의 상용성이 저하되어, 내관통성의 확보에 필요한 양의 가소제를 혼합하기 어려워지는 경우가 있다. 75몰%를 초과하면, 얻어지는 합판 유리용 착색 중간막의 기계적 강도가 저하되는 동시에, 수지를 얻기 위해 장시간의 반응 시간을 요하여 공정상 바람직하지 않을 수 있다. 보다 바람직하게는 60 내지 75몰%이고, 더욱 바람직하게는 64 내지 71몰%이다.
- <22> 한편, 상기 폴리비닐 아세탈 수지는 가소제와 함께 가소화 폴리비닐 아세탈 수지로서 바람직하게 이용될 수 있다.
- <23> 상기 가소화 폴리비닐 아세탈 수지 중에서는 비닐아세테이트 성분이 30몰% 이하인 것이 바람직하다. 30몰%를 초과하면, 수지 제조시에 블록킹을 일으키기 쉬워지기 때문에 제조하기 어려워진다. 바람직하게는 19몰% 이하이다.
- <24> 상기 가소화 폴리비닐 아세탈 수지는 비닐 아세탈 성분, 비닐 알코올 성분 및 비닐 아세테이트 성분으로 구성되

어 있고, 이들 각 성분량은 예를 들면 JIS K 6728 "폴리비닐부티랄 시험 방법"이나 핵 자기 공명법(NMR)에 기초하여 측정할 수 있다.

- <25> 상기 폴리비닐 아세탈 수지가 폴리비닐부티랄 수지 이외인 경우에는 비닐 알코올 성분량과 비닐아세테이트 성분량을 측정하고, 나머지 비닐 아세탈 성분량은 100에서 상기 두 성분량을 차감함으로써 산출할 수 있다.
- <26> 상기 폴리비닐 아세탈 수지는 종래 공지된 방법에 의해 제조할 수 있다. 예를 들면, 폴리비닐알코올을 온수에 용해시키고, 얻어진 수용액을 소정 온도, 예를 들면 0 내지 95 ℃, 바람직하게는 10 내지 20 ℃로 유지해 두고, 필요한 산 촉매 및 알데히드를 가하고, 교반하면서 아세탈화 반응을 진행시킨다. 이어서, 반응 온도를 70 ℃로 올려 숙성하여 반응을 완결시키고, 그 후, 중화, 수세 및 건조를 행하여 폴리비닐 아세탈 수지의 분말을 얻는 방법 등을 들 수 있다.
- <27> 상기 원료가 되는 폴리비닐알코올로서는 평균 중합도 500 내지 5000의 것이 바람직하고, 평균 중합도 1000 내지 2500의 것이 보다 바람직하다. 500 미만이면, 얻어지는 합판 유리의 내관통성이 저하될 수 있다. 5000을 초과하면 수지막을 성형하기 어려워질 수 있고, 게다가 수지막의 강도가 너무 강해질 수 있다.
- <28> 얻어지는 폴리비닐 아세탈 수지의 비닐 아세테이트 성분을 30몰% 이하로 설정하는 것이 바람직하기 때문에, 이를 위해 상기 폴리비닐알코올의 비누화도는 70몰% 이상인 것이 바람직하다. 70몰% 미만이면, 수지의 투명성이나 내열성이 저하될 수 있고, 또한 반응성도 저하될 수 있다. 보다 바람직하게는 95몰% 이상의 것이다.
- <29> 상기 폴리비닐알코올의 평균 중합도 및 비누화도는 예를 들면 JIS K 6726 "폴리비닐알코올 시험 방법"에 기초하여 측정할 수 있다. 상기 알데히드로서는 탄소수 3 내지 10의 알데히드가 바람직하다. 탄소수가 3 미만이면, 충분한 수지막의 성형성이 얻어지지 않을 수 있다. 10을 초과하면, 아세탈화의 반응성이 저하되고, 게다가 반응 중에 수지의 블록이 발생하기 쉬워져, 수지의 합성에 곤란을 수반하기 쉬워진다.
- <30> 상기 알데히드로서는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면, 프로피온알데히드, n-부틸알데히드, 이소부틸알데히드, 발레르알데히드, n-헥실알데히드, 2-에틸부틸알데히드, n-헵틸알데히드, n-옥틸알데히드, n-노닐알데히드, n-데실알데히드, 벤즈알데히드, 신남알데히드 등의 지방족, 방향족, 지환족 알데히드 등을 들 수 있다. 바람직하게는 탄소수 4 내지 8의 n-부틸알데히드, n-헥실알데히드, 2-에틸부틸알데히드, n-옥틸알데히드이다. 탄소수 4의 n-부틸알데히드는, 얻어지는 폴리비닐 아세탈 수지의 사용에 의해 각 수지막의 접착 강도가 강해지고, 또한 내후성도 우수하고, 게다가 수지의 제조도 용이해지기 때문에 보다 바람직하다. 이들은 단독으로 사용할 수도 있고, 2종 이상을 병용할 수도 있다.
- <31> 본 발명에서 사용되는 적외선 차폐제로서는, 예를 들면 금속 미립자 또는 유기 적외선 흡수제를 들 수 있다.
- <32> 상기 금속 미립자로서는 예를 들면 Sn, Ti, Si, Zn, Zr, Fe, Al, Cr, Co, Ce, In, Ni, Ag, Cu, Pt, Mn, Ta, W, V 등 외에 Mo 등의 각종 금속; 예를 들면 SnO₂, TiO₂, SiO₂, ZrO₂, ZnO, Fe₂O₃, Al₂O₃, FeO, Cr₂O₃, CeO₂, In₂O₃, NiO, MnO, CuO 등의 각종 산화물; 예를 들면 TiN, AlN 등의 질화물, 또는 질화 산화물; 예를 들면 ZnS 등의 황화물; 예를 들면 9 중량% Sb₂O₃-SnO₂(ATO[스미토모 오사카 시멘트사 제조], F-SnO₂ 등의 도광물; 또한 예를 들면 SnO₂-10 중량% Sb₂O₃, In₂O₃-5 중량% SnO₂(ITO) [미쯔비시 마테리알사 제조] 등의 복합물 등을 들 수 있다. 이들 중에서 ATO나 ITO는 자동차용으로 그 요건을 구비하여 특히 바람직한 것이다.
- <33> 상기 적외선 차폐제의 함유량은 적외선 차폐제의 종류에도 따르지만, 통상 폴리비닐 아세탈 수지 100 중량부에 대하여 0.001 내지 10 중량부이다.
- <34> 본 발명에서 사용되는 착색제로서는 특별히 제한되지 않고, 착색 토너, 안료, 염료 등 범용되고 있는 재료가 이용된다. 예를 들면, 착색 토너로서는 그린, 블랙, 블루, 레드 등의 토너를 들 수 있고, 이들은 단독으로 또는 혼합하여 사용된다.
- <35> 또한, 안료로서는, 예를 들면 카본 블랙, 티탄백 등의 무기 안료, 니트로, 니트로소계 안료, 아조계 안료, 프탈로시아닌계 안료 등을 들 수 있고, 염료로서는 아조계 염료, 안트라퀴논계 염료, 프탈로시아닌계 염료 등을 들 수 있다.
- <36> 상기 착색제의 함유량은 특별히 한정되지 않고, 합판 유리용 착색 중간막에 통상적으로 사용되는 정도일 수 있고, 목적하는 색에 맞춰 적절히 결정할 수 있다.
- <37> 본 발명에 따른 수지 조성물은 상기 성분 이외에, 예를 들면, 자외선 흡수제, 가소제, 산화 방지제, 광 안정화

제, 계면 활성제 등의 공지된 첨가제를 함유할 수 있다.

- <38> 상기 자외선 흡수제로서는, 예를 들면 2-(2'-히드록시-5'-메틸페닐)벤조트리아졸, 2-(2'-히드록시-3',5'-디·tert-부틸페닐)벤조트리아졸, 2-(2'-히드록시-3'-tert-부틸-5'-메틸페닐)-5-클로로벤조트리아졸, 2-(2'-히드록시-3',5'-디·tert-부틸페닐)-5-클로로벤조트리아졸, 2-(2'-히드록시-3',5'-디·tert-아밀페닐)벤조트리아졸 등의 벤조트리아졸계 유도체; 예를 들면 2,4-디히드록시벤조페논, 2-히드록시-4-메톡시벤조페논, 2-히드록시-4-옥톡시벤조페논, 2-히드록시-4-도데실옥시벤조페논, 2,2'-디히드록시-4-메톡시벤조페논, 2,2'-디히드록시-4,4'-디메톡시벤조페논, 2-히드록시-4-메톡시-5-술포벤조페논 등의 벤조페논계 유도체; 예를 들면 2-에틸헥실-2-시아노-3,3'-디페닐아크릴레이트, 에틸-2-시아노-3,3'-디페닐아크릴레이트 등의 시아노아크릴레이트계 유도체 등을 들 수 있다.
- <39> 상기 가소제로서는 이 종류의 중간막에 사용되고 있는 공지된 가소제, 예를 들면, 일염기산 에스테르, 다염기산 에스테르 등의 유기 에스테르계 가소제 등이 이용된다.
- <40> 상기 일염기산 에스테르 중에서는, 예를 들면 트리에틸렌글리콜과, 부티르산, 이소부티르산, 카프로산, 2-에틸부티르산, 헵탄산, n-옥틸산, 2-에틸헥실산, 펠라르곤산(n-노닐산), 데실산 등의 유기산과의 반응에 의해 얻어진 글리콜계 에스테르가 바람직하다. 그 밖에, 테트라에틸렌글리콜, 트리프로필렌글리콜과 상기 유기산과의 에스테르도 이용된다.
- <41> 상기 다염기산 에스테르로서는, 예를 들면 아디프산, 세박산, 아젤라산 등의 유기산과, 탄소수 4 내지 8의 직쇄상 또는 분지상 알코올과의 에스테르가 바람직하다.
- <42> 상기 유기 에스테르계 가소제의 구체예로서는, 트리에틸렌글리콜 디-2-에틸부틸레이트, 트리에틸렌글리콜 디-2-에틸헥소에이트, 트리에틸렌글리콜 디카프릴레이트, 트리에틸렌글리콜 디-n-옥토에이트, 트리에틸렌글리콜 디-n-헵토에이트, 테트라에틸렌글리콜 디-n-헵토에이트, 그 밖에 디부틸세바케이트, 디옥틸아젤레이트, 디부틸카르비톨아디페이트가 바람직하게 이용된다.
- <43> 그 밖에, 에틸렌글리콜 디-2-에틸부틸레이트, 1,3-프로필렌글리콜 디-2-에틸부틸레이트, 1,4-프로필렌글리콜 디-2-에틸부틸레이트, 1,4-부틸렌글리콜 디-2-에틸부틸레이트, 1,2-부틸렌글리콜 디-2-에틸렌부틸레이트, 디에틸렌글리콜 디-2-에틸부틸레이트, 디에틸렌글리콜 디-2-에틸헥소에이트, 디프로필렌글리콜 디-2-에틸부틸레이트, 트리에틸렌글리콜 디-2-에틸헥토에이트, 테트라에틸렌글리콜 디-2-에틸부틸레이트, 디에틸렌글리콜 디카프릴레이트 등도 가소제로서 이용된다.
- <44> 상기 가소제량으로서 폴리비닐 아세탈 수지 100 중량부에 대하여 20 내지 70 중량부가 바람직하고, 보다 바람직하게는 40 내지 60 중량부이다. 20 중량부 미만이면, 얻어지는 합판 유리의 내관통성이 저하될 수 있고, 70 중량부를 초과하면 가소제가 삼출되어 광학 변형이 커지거나, 수지막의 투명성이나 접착성이 저하될 수 있다.
- <45> 상기 산화 방지제로서는 특별히 한정되지 않고, 페놀계의 것으로서, 예를 들면 t-부틸히드록시톨루엔(BHT)(스미또모 가가꾸사 제조의 "스밀라이저 BHT(상품명)", 테트라키스-[메틸렌-3-(3'-5'-디-t-부틸-4'-히드록시페닐)프로피오네이트]메탄(이르가녹스 1010, 시바 가이기가사 제조) 등을 들 수 있다.
- <46> 상기 광 안정제로서는 입체장애된 아민계의 것, 예를 들면, 아사히덴카사 제조의 "아데카 스타브 LA-57(상품명)" 등을 들 수 있다.
- <47> 상기 계면활성제로서는, 예를 들면 라우릴황산나트륨, 알킬벤젠술포산 등을 들 수 있다.
- <48> (제조 방법)
- <49> 본 발명의 합판 유리용 착색 중간막의 제조 방법은 특별히 한정되는 것은 아니지만, 폴리비닐 아세탈 수지에 소정량의 착색제, 적외선 차폐제 및 인산 에스테르 화합물, 필요에 따라 다른 첨가제를 배합하고, 이를 균일하게 혼련한 후, 압출법, 캐린더법, 프레스법, 캐스팅법, 인플레이션법 등에 의해 시트상으로 제막하여 수지막을 성형하고, 이를 착색 중간막으로 한다.
- <50> 본 발명의 합판 유리용 착색 중간막의 전체 막 두께는 합판 유리로서 최소한 필요한 내관통성이나 내후성을 고려하면, 실용적으로는 통상적인 합판 유리용 중간막에서의 막 두께와 마찬가지로 일반적으로 0.3 내지 1.6 mm의 범위가 바람직하다.
- <51> 상기 합판 유리에 이용되는 유리판으로서 무기 투명 유리판뿐만 아니라, 폴리카보네이트판, 폴리메틸메타크릴레이트판 등의 유기 투명 유리판도 사용할 수 있다.

- <52> 상기 무기 투명 유리판의 종류로서는 특별히 한정되는 것은 아니며, 플로트판 유리, 마판 유리, 형판 유리, 망입판 유리, 선입판 유리, 열선 흡수판 유리, 착색된 판유리 등의 각종 무기 유리 등을 들 수 있고, 이들은 단독으로 사용할 수도 있고, 2종 이상을 병용할 수도 있다. 또한, 무기 투명 유리판과 유기 투명 유리판이 적층된 것일 수도 있다. 또한, 유리의 두께는 용도에 따라 적절히 선택될 수 있고, 특별히 제한되는 것은 아니다.
- <53> 본 발명의 합판 유리를 제조하기 위해서는 통상적인 합판 유리의 제조 방법이 채용된다. 예를 들면, 2장의 투명한 유리판 사이에 상술한 방법으로 성형한 수지막으로 이루어지는 착색 중간막을 끼우고, 이를 고무 백에 넣고, 감압 흡인하면서 약 70 내지 110 ℃에서 예비 접착하고, 이어서, 오토클레이브를 이용하거나 또는 프레스를 이용하여, 약 120 내지 150 ℃에서 약 10 내지 15 kg/cm²의 압력으로 본접착을 행함으로써 제조된다.
- <54> 또한, 합판 유리의 제조 방법에 있어서, 적어도 한쌍의 유리판 사이에, 가소화된 폴리비닐 아세탈 수지가 제막되어 이루어지는 상기 착색 중간막을 개재시키고, 감압하에서 흡인 탈기하는 동시에, 온도 60 내지 100 ℃에서 가열 압착할 수 있다. 보다 구체적으로는, 유리판/착색 중간막/유리판의 적층체를 고무 백에 넣고, 예를 들면 오토클레이브 중에서 -500 내지 -700 mmHg 정도의 감압하에서 흡인 탈기하면서 약 60 내지 100 ℃의 온도 및 1 내지 10 kg/cm² 정도의 압력으로 10 내지 30분간 정도 가열 압착하고, 탈기와 접착을 동시에 행함으로써 실시된다.
- <55> 이 제조 방법에서는 상술한 바와 같이 가열 압착할 때의 온도를 60 내지 100 ℃ 범위로 한정하고, 압착 압력, 압착 시간 및 흡인 탈기할 때의 감압도 등의 여러 조건을 상기 정도의 범위 내에서 적절히 설정함으로써, 착색 중간막과 유리의 접착력을 원하는 적정 범위 내에 포함되도록 조정할 수 있다.

실시예

- <56> 이하에 실시예를 들어 본 발명을 더욱 상세히 설명하지만, 본 발명은 이들 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- <57> (실시예 1 내지 6 및 비교예)
- <58> 폴리비닐부티랄 수지 100 중량부에 대하여, 주석 도핑 산화인듐(ITO) 0.28 중량부와 트리옥틸 포스페이트 0.014 중량부를 트리에틸렌글리콜-디-에틸헥사노에이트(3GO) 10 중량부에 분산시킨 가소제 분산액과, 이와는 별도로 준비한 트리에틸렌글리콜-디-에틸헥사노에이트(3GO) 29 중량부, 하기 표 1 중에 기재된 양의 착색 토너(사용색의 종류는 표에 기재된 바와 같음), 산화 방지제, 자외선 흡수제를 첨가하고, 3개 롤을 이용하여 혼합하였다. 얻어진 혼합물을 가열 프레스에 의해 성형하여 0.76 mm의 폴리비닐부티랄 수지 시트(착색 중간막)를 얻었다.

표 1

실시예 No.	수지 (PVB)	가소제 (3GO)	산화 방지제 (BHT)	자외선 흡수제	대전 방지제	자외선 차열제 (ITO)	인산 에스테르	착색 토너 (주)
1	100	39	0.4	0.4	0.3	0.28	0.014	0.099 (녹+흑)
2	100	39	0.84	0.84	0.32	0.28	0.014	0.099 (녹+흑)
3	100	39	0.4	0.4	0.3	0.28	0.014	0.08 (흑+청+적)
4	100	39	0.84	0.84	0.32	0.28	0.014	0.08 (흑+청+적)
5	100	39	0.4	0.4	0.3	0.28	0.014	0.679 (흑+청+적)
6	100	39	0.84	0.84	0.32	0.28	0.014	0.679 (흑+청+적)
비교예	100	39	0.2	0.2	0.3	0	0	0.703 (흑+청+적)

(주) 녹 은 그린 토너, 흑 은 블랙 토너, 적 은 레드 토너를 나타냄

- <59>
- <60> (시험예)
- <61> 하기 시험 방법에 따라서, 상기 실시예 1 내지 6 및 비교예에서 얻어진 폴리비닐부티랄 수지 시트를 그대로 또는 투명 유리 사이에 끼워 헤이즈값을 구하는 동시에, 상기 수지 시트의 광선 투과율 등을 구하였다. 시험 결

과는 하기 표 2 및 3과 같다.

<62> (시험 방법)

<63> 1. 헤이즈값의 측정:

<64> 착색 중간막을 그대로 또는 투명 유리 사이에 끼워 23 ℃의 물에 침지하고, 24 시간 후에 적분식 탁도계를 이용하여 측정하였다.

<65> 2. 광선 투과율의 측정:

<66> 얻어진 합판 유리에 대하여 하기 측정 및 평가를 행하였다.

<67> 분광 광도계(340형 자기 기록, 히타치 세이사꾸쇼 제조)로 파장 340 내지 2100 nm 사이의 투과율을 측정하고, JIS R 3106에 의해 가시광 투과율, 일사 투과율 Ts2100, 색조 등을 구하였다.

표 2

실시예 No.	헤이즈 값 (AVE)		차열 특성			
	막 단독	투명 유리 협지	Ts2100(%)	T(1550nm) (%)	T(850nm) (%)	A광Y값
1	42.9	31.3	61.5	14.2	69.0	79.0
2	38.0	35.0	60.4	12.0	68.4	78.3
3	39.0	30.8	57.6	12.5	67.2	72.8
4	39.9	27.3	57.0	12.1	66.9	72.4
5	41.6	33.6	26.6	10.0	39.4	20.8
6	45.7	36.2	26.1	9.5	39.1	20.3
7	89.6	88.9	34.7	57.5	42.8	21.6

<68>

표 3

실시예 No.	투과색의 색조			반사색의 색조			
	L* (A광2° 투과)	a* (A광2° 투과)	b* (A광2° 투과)	반사Y1 (C광2°)	L* (A광2° 반사)	a* (A광2° 반사)	b* (A광2° 반사)
1	91.2	-1.7	2.4	-3.7	33.9	-1.3	-0.8
2	90.9	-1.8	2.9	-2.6	33.5	-1.3	-0.5
3	88.4	-3.4	1.3	-6.5	32.6	-2.5	-1.2
4	88.2	-3.5	1.6	-6.5	32.9	-2.5	-1.2
5	52.7	-0.9	-5.6	0.1	28.3	1.2	-0.3
6	52.2	-0.8	-5.4	0.0	28.2	1.1	-0.3
7	53.6	-2.6	-7.3	-2.8	27.6	0.5	-0.7

<69>

<70> 상기 표 2 및 3으로부터 알 수 있는 바와 같이, 본 발명의 착색 중간막은 광선 투과율이 50%를 초과하는 착색 중간막이더라도, 헤이즈값이 비교품에 비해 현저히 우수하고, 백화를 방지할 수 있음을 알 수 있다. 또한, 본 발명의 착색 중간막은 광선 투과율이 50%를 초과하더라도 적외선 차폐제에 의해 적외선이 현저히 차폐되어 낮은 적외선 투과율을 유지할 수 있음을 알 수 있다.

산업상 이용 가능성

<71> 본 발명의 합판 유리용 착색 중간막을 이용한 합판 유리는 자동차나 건설물의 창 유리로서 유용하다.