

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公表特許公報(A)

(11)公表番号
特表2025-506140
(P2025-506140A)

(43)公表日 令和7年3月7日(2025.3.7)

(51)国際特許分類
C 0 3 C 27/12 (2006.01)

F I
C 0 3 C 27/12
C 0 3 C 27/12

テーマコード (参考)
4 G 0 6 1
D
Z

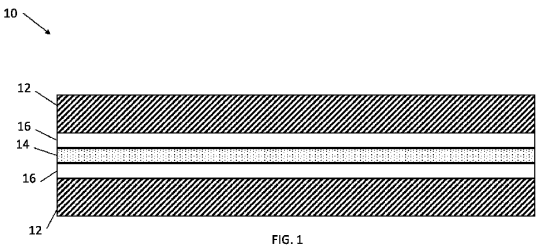
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全40頁)			
(21)出願番号	特願2024-547212(P2024-547212)	(71)出願人	503316891
(86)(22)出願日	令和5年2月7日(2023.2.7)		ソルティア・インコーポレーテッド
(85)翻訳文提出日	令和6年8月22日(2024.8.22)		アメリカ合衆国ミズーリ州63141,
(86)国際出願番号	PCT/US2023/062100		セント・ルイス, マリーヴィル・センタ
(87)国際公開番号	WO2023/154692		ー・ドライブ 575
(87)国際公開日	令和5年8月17日(2023.8.17)	(74)代理人	100118902
(31)優先権主張番号	63/308,136		弁理士 山本 修
(32)優先日	令和4年2月9日(2022.2.9)	(74)代理人	100106208
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)		弁理士 宮前 徹
(81)指定国・地域	AP(BW,CV,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV	(74)代理人	100196508
	最終頁に続く		弁理士 松尾 淳一
		(74)代理人	100168066
			弁理士 鈴木 雄太
		(72)発明者	チェン, ウェンジー
			アメリカ合衆国マサチューセッツ州01
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 塩が低減されたポリマー中間層

(57)【要約】

光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層。ポリマー中間層は、第1のポリマー層（14）、第2のポリマー層（16）、および第3のポリマー層（16）を備える。第1のポリマー層（14）は、第2のポリマー層（16）と第3のポリマー層（16）との間に位置付けられる。第1のポリマー層（14）は、（i）約10力価未満の一価アルカリ金属塩、および（ii）0.5～6 phrの範囲内の有機酸除去剤を含む樹脂を含む。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層であって、

第 1 のポリマー層；

第 2 のポリマー層；および

第 3 のポリマー層

を備え、

前記第 1 のポリマー層が、前記第 2 のポリマー層と前記第 3 のポリマー層との間に位置付けられ、

前記第 1 のポリマー層が、(i) 約 10 力価未満の一価アルカリ金属塩、および (ii) 0.5～6 phr の範囲内の有機酸除去剤を含む樹脂を含む、ポリマー中間層。 10

【請求項 2】

第 1 のポリマー層の樹脂がポリ（ビニルブチラール）を含む、または第 1 のポリマー層中の一価アルカリ金属塩がカリウム塩を含む、または第 1 のポリマー層中の一価アルカリ金属塩が、約 9 力価未満、約 8 力価未満、約 7 力価未満、約 6 力価未満、約 5 力価未満、約 4 力価未満、約 3 力価未満、約 2 力価未満、約 1 力価未満、約 0.5 力価未満および／もしくは約 0 力価である、または第 1 のポリマー層中の有機酸除去剤がエポキシド誘導体を含む、請求項 1 に記載のポリマー中間層。

【請求項 3】

エポキシド誘導体が、モノーエポキシド、もしくはジエポキシド、またはエポキシ化植物油を含む、請求項 2 に記載のポリマー中間層。 20

【請求項 4】

第 1 のポリマー層中の有機酸除去剤が、約 0.5～5 phr、0.5～4 phr、0.5～3 phr、1～6 phr、1～5 phr、1～4 phr、1～3 phr、2～6 phr、2～5 phr、2～4 phr、2～3 phr、3～6 phr、3～5 phr、3～4 phr、4～6 phr、4～5 phr、および／または 5～6 phr の範囲内である、請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載のポリマー中間層。

【請求項 5】

前記ポリマー中間層が 1 対のガラスシートの間にはミネートされてミネートガラスパネルを形成する場合、そのようなガラスパネルが、4 未満、3 未満、2 未満、1 未満、および／または 0 未満の黄色度指数値を有する、請求項 1 から 4 のいずれか一項に記載のポリマー中間層。 30

【請求項 6】

光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層であって、

第 1 のポリマー層；

第 2 のポリマー層；および

第 3 のポリマー層

を備え、

前記第 1 のポリマー層が、前記第 2 のポリマー層と前記第 3 のポリマー層との間に位置付けられ、

前記第 1 のポリマー層が、(i) 約 15 力価以下の第 1 のアルカリ金属塩および第 2 のアルカリ金属塩を含む樹脂を含む、ポリマー中間層。 40

【請求項 7】

第 1 のポリマー層の樹脂がポリ（ビニルブチラール）を含む、または第 1 のポリマー層中の第 1 のアルカリ金属塩がマグネシウム塩を含む、または第 1 のポリマー層中の第 2 のアルカリ金属塩がカリウム塩を含む、または第 1 のポリマー層中の第 1 のアルカリ金属塩および第 2 のアルカリ金属塩がマグネシウム塩およびカリウム塩の組合せを含む、または第 1 のポリマー層が有機酸除去剤をさらに含む、または第 1 のポリマー層中の第 1 および第 2 のアルカリ金属塩のそれぞれが、約 9 力価未満、約 8 力価未満、約 7 力価未満、約 6 力価未満、約 5 力価未満、約 4 力価未満、約 3 力価未満、約 2 力価未満、約 1 力価未満、 50

約 0.5 力価未満および／もしくは約 0 力価の量で存在する、または第 1 のポリマー層中の有機酸除去剤がエポキシド誘導体を含む、請求項 6 に記載のポリマー中間層。

【請求項 8】

エポキシド誘導体がモノーエポキシドを含む、またはエポキシド誘導体がジエポキシドを含む、またはエポキシド誘導体がエポキシ化植物油を含む、請求項 7 に記載のポリマー中間層。

【請求項 9】

第 1 のポリマー層中の有機酸除去剤が、約 0.5～5 phr、0.5～4 phr、0.5～3 phr、1～6 phr、1～5 phr、1～4 phr、1～3 phr、2～6 phr、2～5 phr、2～4 phr、2～3 phr、3～6 phr、3～5 phr、3～4 phr、4～6 phr、4～5 phr、および／または 5～6 phr の範囲内である、請求項 7 に記載のポリマー中間層。

10

【請求項 10】

前記ポリマー中間層が 1 対のガラスシートの間にはラミネートされてラミネートガラスパネルを形成する場合、そのようなガラスパネルが、4 未満、3 未満、2 未満、1 未満、および／または 0 未満の黄色度指数値を有する、請求項 6 から 9 のいずれか一項に記載のポリマー中間層。

【請求項 11】

光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層であって、

第 1 のポリマー層、

第 2 のポリマー層、および

第 3 のポリマー層

を備え、

前記第 1 のポリマー層が、前記第 2 のポリマー層と前記第 3 のポリマー層との間に位置付けられ、

前記第 1 のポリマー層が、約 35 力価以下のアルカリ金属塩を含む樹脂を含み、少なくとも 5 力価のアルカリ金属塩が、酢酸カリウムである、ポリマー中間層。

【請求項 12】

前記ポリマー中間層の前記第 1 のポリマー層の樹脂が約 25 力価以下のアルカリ金属塩を含む、またはアルカリ金属塩が酢酸カリウムで本質的に構成される、または前記ポリマー中間層の前記第 1 のポリマー層の樹脂が約 15 力価以下のアルカリ金属塩を含む、またはアルカリ金属塩が酢酸カリウムおよびジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムの組合せを含む、またはアルカリ金属塩が約 6 力価の酢酸カリウムを含む、またはアルカリ金属塩が約 9 力価のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含む、または前記ポリマー中間層の前記第 1 のポリマー層の樹脂が少なくとも 10 力価、少なくとも 15 力価、少なくとも 20 力価および／もしくは少なくとも 25 力価の酢酸カリウムを含む、または前記ポリマー中間層の前記第 1 のポリマー層の樹脂が 25 力価以下、20 力価以下、15 力価以下、10 力価以下および／もしくは 6 力価以下の酢酸カリウムを含む、または前記ポリマー中間層の前記第 1 のポリマー層の樹脂が少なくとも 5 力価、少なくとも 10 力価および／もしくは少なくとも 15 力価のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含む、または前記ポリマー中間層の前記第 1 のポリマー層の樹脂が 15 力価以下、10 力価以下および／もしくは 5 力価以下のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含む、請求項 11 に記載のポリマー中間層。

30

40

【請求項 13】

前記ポリマー中間層の厚さが前記ポリマー中間層の長さに沿って略一定である、または前記ポリマー中間層の厚さが、前記ポリマー中間層が楔形を有するように前記ポリマー中間層の長さに沿って変動する、または前記第 1 のポリマー層が前記第 2 および第 3 のポリマー層より軟質である、請求項 1 から 12 のいずれか一項に記載のポリマー中間層。

【請求項 14】

光学的欠陥の形成に抵抗するラミネートガラスパネルであって、

50

第 1 のガラスシート；

第 2 のガラスシート；および

請求項 1 から 13 のいずれか一項に記載のポリマー中間層を備える、ラミネートガラスパネル。

【請求項 15】

約 1.00 未満、または約 0.75 未満、約 0.50 未満、約 0.25 未満、約 0.00 未満、約 -0.25 未満、および／または約 -0.50 未満の黄色度指数値を有する、請求項 14 に記載のラミネートガラスパネル。

【請求項 16】

光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層を形成する方法であって、

10

(a) 第 1 のポリマー溶融物を押出して第 1 のポリマー層を形成するステップと；

(b) 第 2 のポリマー溶融物を押出して、第 2 のポリマー層および第 3 のポリマー層を形成するステップと

を含み、

前記ステップ (a) および (b) の押出時に、第 1 のポリマー層が、前記第 2 のポリマー層と第 3 のポリマー層との間に位置付けられ、

第 1 のポリマー層が、(i) 約 10 力価未満の一価アルカリ金属塩、および (ii) 0.5 ～ 6 phr の範囲内の有機酸除去剤を含む樹脂を含む、方法。

【請求項 17】

前記ステップ (a) および (b) の押出が共押出により行われ、第 1 のポリマー層の樹脂が PVB を含み、第 1 のポリマー層中の一価アルカリ金属塩がカリウム塩を含む、または第 1 のポリマー層の樹脂がマグネシウム塩を含まない、または第 1 のポリマー層中の一価アルカリ金属塩が、約 9 力価未満、約 8 力価未満、約 7 力価未満、約 6 力価未満、約 5 力価未満、約 4 力価未満、約 3 力価未満、約 2 力価未満、約 1 力価未満、約 0.5 力価未満および／もしくは約 0 力価である、または、第 1 のポリマー層中の有機酸除去剤がエポキシド誘導体を含む、請求項 16 に記載の方法。

20

【請求項 18】

前記第 1 のポリマー層中の有機酸除去剤が、約 0.5 ～ 5 phr、0.5 ～ 4 phr、0.5 ～ 3 phr、1 ～ 6 phr、1 ～ 5 phr、1 ～ 4 phr、1 ～ 3 phr、2 ～ 6 phr、2 ～ 5 phr、2 ～ 4 phr、2 ～ 3 phr、3 ～ 6 phr、3 ～ 5 phr、3

30

～ 4 phr、4 ～ 6 phr、4 ～ 5 phr、および／または 5 ～ 6 phr の範囲内である、請求項 16 に記載の方法。

【請求項 19】

(c) ポリマー中間層を 1 対のガラスシートの間にラミネートして、ラミネートガラスパネルを形成するステップ

をさらに含み、

前記ステップ (c) のラミネート時に、ラミネートガラスパネルが、4 未満、3 未満、2 未満、1 未満および／または 0 未満の黄色度指数値を有する、請求項 16 に記載の方法。

。

【請求項 20】

40

光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層を形成する方法であって、

(a) 第 1 のポリマー溶融物を押出して第 1 のポリマー層を形成するステップと；

(b) 第 2 のポリマー溶融物を押出して、第 2 のポリマー層および第 3 のポリマー層を形成するステップと

を含み、

前記ステップ (a) および (b) の押出時に、第 1 のポリマー層が、前記第 2 のポリマー層と第 3 のポリマー層との間に位置付けられ、

前記第 1 のポリマー層が、約 35 力価以下のアルカリ金属塩を含む樹脂を含み、少なくとも 5 力価のアルカリ金属塩が、酢酸カリウムである、方法。

【発明の詳細な説明】

50

【技術分野】

【0001】

【0001】本発明は、ポリマー中間層、およびポリマー中間層を備える複数層パネルの分野に関する。より詳細には、本発明は、複数のポリマー層を備えるポリマー中間層の分野に関する。

【背景技術】

【0002】

【0002】複数層パネルは、基板（例えば、これらに限定されないが、ガラス、ポリエステル、ポリアクリレート、またはポリカーボネート）の2枚のシートで構成され、それらの間に1つまたは複数のポリマー中間層が挟まれている。建築窓用途および自動車や航空機の窓、ならびに太陽光発電ソーラーパネルには、ラミネート複数層ガラスパネルが一般的に利用される。最初の2つの用途は、一般にラミネート安全ガラスと呼ばれる。ラミネート安全ガラスにおける中間層の主な機能は、ガラスに加えられた衝撃または力から生じるエネルギーを吸収すること、ガラスに力が加えられてガラスが破壊された場合であってもガラスの層を結合された状態に維持すること、およびガラスが鋭い破片に碎けるのを防止することである。さらに、中間層は、ガラスに優先的な遮音等級を付与し、UVおよび／またはIR光透過を低減し、関連する窓の美的魅力を高めることができる。例えば、より静かな内部空間をもたらす望ましい音響特性を有するラミネートガラスパネルが製造されている。

【0003】

【0003】さらに、ラミネートガラスパネルは、インストルメントクラスターの像または他の重要な情報を車両の操作者の目の高さのフロントガラス上の場所に投影する、ヘッドアップディスプレイ（「HUD」）システム（ヘッドアップシステムとも呼ばれる）を備えた車両に使用されている。そのようなディスプレイは、運転者が、視覚的にダッシュボード情報にアクセスしながら、その後の走行路への集中を保つことを可能にする。一般に、自動車または航空機におけるHUDシステムは、車両ウィンドスクリーンの内側表面を使用して、投影像を部分的に反射する。しかしながら、車両ウィンドスクリーンの外側表面で二次反射が生じ、これが弱い二次像または「ゴースト」像を形成する。これらの2つの反射像は位置がオフセットしているため、二重像がしばしば観察され、これは運転者にとって望ましくない視認体験をもたらす。均一な一定の厚さを有するフロントガラス上に像が投影された場合、ガラスの内側および外側表面から反射される際の投影像の位置の差に起因して、干渉性の二重像または反射ゴースト像が形成される。

【0004】

【0004】これらの二重またはゴースト像に対応する1つの方法は、内側および外側ガラスシートを互いに角度を付けて配向することである。これは反射像の位置を単一点に整列させ、それにより単一像を形成する。典型的には、これは、少なくとも1つの不均一な厚さの領域を含む楔形または「テーパ型」中間層を使用することによって、外側シートを内側シートに対してずらすことにより行われる。多くの従来のテーパ型中間層は、HUD領域全体にわたり一定の楔角度を含むが、最近では、HUD領域にわたり複数の楔角度を含むいくつかの中間層が開発されている。

【0005】

【0005】ガラスパネルの必要な性質および性能特性を達成するために、複数層または多層中間層を利用することが一般的な慣例となっている。本明細書において使用される場合、「多層」および「複数層」という用語は、2つ以上の層を有する中間層を意味し、多層および複数層は交換可能に使用され得る。複数層中間層は、典型的には、少なくとも1つの軟質層および少なくとも1つの硬質層を含有する。上述のように、ガラスパネルの遮音特性を有する、2つのより剛性または硬質の「スキン」層の間に挟まれた1つの軟質「コア」層を有する中間層が設計されている。逆の構成、すなわち2つ以上の軟質層の間に挟まれた1つの硬質層を有する中間層は、ガラスパネルの衝撃性能を改善することが見出されており、また遮音用にも設計され得る。いずれにしても、軟質「コア」層は、一般に音

響層と呼ばれ（軟質層は音響透過を有益に低減するため）、一方硬い「スキン」層は、従来の層、または非音響層と呼ばれる。

【0006】

【0006】中間層の層は、一般に、ポリ（ビニルブチラール）等のポリマー樹脂を1種または複数種の可塑剤と混合し、押出を含むがこれに限定されない任意の適用可能なプロセスまたは当業者に知られている方法により混合物をシートに熔融加工することによって製造され、層は、共押出およびラミネーション等のプロセスによって組み合わされる。三層中間層では、コア層が比較的硬いスキン層より軟質となるように、コア層はスキン層より多くの可塑剤を含んでもよい。以下でより詳細に説明される他の追加の成分が、様々な他の目的で任意選択で添加されてもよい。中間層シートが形成された後、中間層シートは、典型的には、以下で議論されるように、輸送および保管のため、ならびに複数層ガラスパネルにおける後の使用のために収集され、巻かれる。

10

【0007】

【0007】以下は、複数層ガラスパネルが中間層と組み合わせて一般に製造される様式の単純化された説明を提供する。まず、複数層中間層は、複数マニホールド共押出デバイスを使用して共押出され得る。デバイスは、各マニホールドから押出開口部に向けてポリマー熔融物を同時に押出すことによって動作する。層の特性は、押出開口部におけるダイリップの属性（例えば温度および／または開口寸法）を調節することによって変化させることができる。中間層シートは、形成されたら、2枚のガラス基板の間に設置され得、いかなる過剰の中間層も端部から切り取られてアセンブリが形成される。複数のポリマー中間層シートまたは複数層を有するポリマー中間層シート（またはその両方の組合せ）が2枚のガラス基板内に設置されて、複数のポリマー中間層を有する複数層ガラスパネルが形成されることは、めずらしいことではない。次いで、適用可能なプロセスまたは当業者に知られている方法によって、例えばニップローラ、真空バッグまたは別の脱気機構を介して、アセンブリから空気が除去される。さらに、中間層は、当業者に知られている任意の方法によって基板に部分的に圧着される。最後のステップにおいて、最終的な一体構造を形成するために、この予備的結合は、高温および高圧ラミネーションプロセス、または当業者に知られている任意の他の方法、例えばこれに限定されないがオートクレーブ処理等によってより永久的にされる。

20

【0008】

【0008】軟質コア層および2つのより硬質のスキン層を有する三層中間層等の多層中間層は、有益な音響減衰特性を提供することが知られている。しかしながら、そのような中間層、およびこれらの中間層を含有するガラスパネルは、「バブル」として一般的に知られる光学的欠陥を発達し得る。具体的には、中間層および／またはラミネート複数層ガラスパネル構築物の製造プロセス中、中間層の軟質コア内に一般的にバブルが出現する。多くの場合、そのようなバブルは、トリムまたは端部バブルの形態であり、これらは、ラミネートパネル内の中間層の端部付近に出現する。具体的には、端部バブルは、ラミネートガラスパネル内の中間層、特にガラスパネルのガラスシートの端部から約5mm以内に形成するバブルである。トリムバブルは、ガラスパネルのガラスシートの端部を超えて延在する中間層の過剰のトリム部分に形成するバブルである。これらのバブルのほとんどは、オートクレーブ圧力が解放されると見えるようになる。例えば、ポリマーの圧力が溶解圧力を下回った後に、バブル核形成がコア層の内側で生じ得る。バブル問題に寄与することが知られている他の変量は、中間層の組成、環境汚染の存在、および／または中間層のレオロジー特性を含む。

30

40

【0009】

【0009】上記に加えて、ポリマー中間層、および／またはポリマー中間層を備えるラミネートガラスパネルには、しばしば他の光学的欠陥が見られる場合がある。例えば、従来のポリマー中間層材料は、中間層の製造後、またはガラスパネルの一部としての中間層のラミネート後に、著しく黄変し得る。

【0010】

50

[0010]上記を鑑みて、従来の多層中間層の他の光学的特性、機械的特性および音響特性を低減することなく、光学的欠陥（すなわち、黄変またはバブル形成）の形成に抵抗する多層中間層を開発することが、当技術分野において必要とされている。より具体的には、黄変および／またはバブル（例えばトリムもしくは端部バブル）の発生に抵抗する、少なくとも1つの軟質コア層および1つの硬質スキン層を有する多層中間層を開発することが、当技術分野において必要とされている。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】[0011]ポリマー中間層に対向する1対のガラス板を備えるラミネートガラスパネルの概略図である。ポリマー中間層は三層を備え、1対のスキン層がコア層に対向している。

10

【図2】[0012]ポリマー中間層に対向する1対のガラスプレートを備えるラミネートガラスパネルの別の概略図である。ポリマー中間層は楔形を有する。

【図3】[0013]MCS1562の形態での有機酸除去剤の構造式の図である。

【図4】[0014]DER732の形態での有機酸除去剤の構造式の図である。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0012】

[0015]本発明の一態様は、光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層に関する。ポリマー中間層は、第1のポリマー層、第2のポリマー層、および第3のポリマー層を備える。第1のポリマー層は、第2のポリマー層と第3のポリマー層との間に位置付けられる。第1のポリマー層は、(i)約10力価(titer)未満の少なくとも1種の一価アルカリ金属塩、および(ii)0.5~6phrの範囲内の有機酸除去剤を含む樹脂を含む。

20

【0013】

[0016]本発明の別の態様は、光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層に関する。ポリマー中間層は、コア層、第1のスキン層、および第2のスキン層を備える。コア層は、第1のスキン層と第2のスキン層との間に位置付けられる。コア層は、(i)約10力価未満の少なくとも1種の一価アルカリ金属塩、および(ii)0.5~6phrの範囲内の有機酸除去剤を含む樹脂を含む。

30

【0014】

[0017]本発明の別の態様は、光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層を形成する方法に関する。方法は、第1のポリマー溶融物を押出して、第1のポリマー層を形成するステップと、第2のポリマー溶融物を押出して、第2のポリマー層および第3のポリマー層を形成するステップとを含む。押出ステップ時に、第1のポリマー層は、第2のポリマー層と第3のポリマー層との間に位置付けられる。第1のポリマー層は、(i)約10力価未満の少なくとも1種の一価アルカリ金属塩、および(ii)0.5~6phrの範囲内の有機酸除去剤を含む樹脂を含む。

【0015】

[0018]本発明の追加的な態様は、光学的欠陥の形成に抵抗するラミネートガラスパネルに関する。ラミネートガラスパネルは、第1のガラスシート、第2のガラスシート、および第1のガラスシートと第2のガラスシートとの間にラミネートされたポリマー中間層を備える。ポリマー中間層は、第1のポリマー層、第2のポリマー層、および第3のポリマー層を備え、第1のポリマー層は、第2のポリマー層と第3のポリマー層との間に位置付けられる。第1のポリマー層は、約35力価以下のアルカリ金属塩を含む樹脂を含み、少なくとも5力価のアルカリ金属塩は、酢酸カリウムである。

40

【0016】

[0019]本発明のさらなる態様は、光学的欠陥の形成に抵抗する別のラミネートガラスパネルに関する。ラミネートガラスパネルは、第1のガラスシート、第2のガラスシート、および第1のガラスシートと第2のガラスシートとの間に位置付けられたポリマー中間

50

層を備える。ポリマー中間層は、第1のポリマー層、第2のポリマー層、および第3のポリマー層を備え、第1のポリマー層は、第2のポリマー層と第3のポリマー層との間に位置付けられる。第1のポリマー層は、約35力価以下のアルカリ金属塩を含む樹脂を含み、少なくとも5力価のアルカリ金属塩は、酢酸カリウムである。

【発明を実施するための形態】

【0017】

【0020】本発明の実施形態は、複数層パネルおよび複数層パネルを作製する方法に関する。一般に、複数層パネルは、ガラスまたは他の適用可能な基板の2枚のシートで構成され、それらの間に1つまたは複数のポリマー中間層シートが挟まれている。複数層パネルは、一般に、少なくとも1つのポリマー中間層シートを2つの基板の間に設置してアセンブリを形成することによって製造される。図1は、1対のガラスシート12およびそれらの間に挟まれた多層中間層を備える複数層パネル10を示す。多層中間層は、軟質コア層14、およびコア層14のいずれかの側に位置付けられた2つの比較的硬質のスキン層16を含む、3つの個別のポリマー中間層シートを有する3層中間層として構成される。

10

【0018】

【0021】いくつかの実施形態において、中間層（例えばコア層14およびスキン層16）は、中間層の長さにわたり略一定または均一な厚さを有する。しかしながら、代替の実施形態において、図2に示されるように、中間層は、少なくとも1つの不均一な厚さの領域を有してもよい。例えば、コア層14およびスキン層16で構成される中間層は、中間層の厚さが中間層の長さにわたり（例えば直線的または非直線的に）変化するような楔形であってもよい。いくつかのそのような実施形態において、中間層の厚さは、コア層14の厚さの変化により変化してもよい（すなわちスキン層16は略一定の厚さを有する）。代替として、中間層の厚さは、スキン層16の厚さの変化により変化してもよい（すなわちコア層14は略一定の厚さを有する）。さらなる代替例において、中間層の厚さは、コア層14およびスキン層16の両方の厚さの変化により変化してもよい。

20

【0019】

【0022】本明細書に開示される中間層および複数層パネルのより包括的な理解を容易にするために、本出願において使用されるある特定の用語の意味が定義される。これらの定義は、当業者により理解されるようなものにこれらの用語を制限するものとして解釈されるべきではなく、単に、ある特定の用語がどのようにして本明細書において使用されるかの理解の向上を提供するものとして解釈されるべきである。

30

【0020】

【0023】「ポリマー中間層シート」、「中間層」、「ポリマー層」および「ポリマー溶融物シート」という用語は、本明細書において使用される場合、単層シートまたは多層中間層を指し得る。「単層シート」は、その名前が示唆するように、1つの層として押出された単一ポリマー層である。一方、多層中間層は、別個に押出された層、共押出された層、または別個に押出された層および共押出された層の任意の組合せを含む、複数の層を備え得る。したがって、多層中間層は、例えば、互いに組み合わされた2つ以上の単層シート（「複層シート」）、互いに共押出された2つ以上の層（「共押出シート」）、互いに組み合わされた2枚以上の共押出シート、少なくとも1枚の単層シートおよび少なくとも1枚の共押出シートの組合せ、ならびに少なくとも1つの複層シートおよび少なくとも1枚の共押出シートの組合せを備えてもよい。本発明の様々な実施形態において、多層中間層は、互いに直接接触して配置された少なくとも2つのポリマー層（例えば、単一層または共押出された複数層）を備え、各層は、少なくとも1つのポリマー樹脂を含む。「樹脂」という用語は、本明細書において利用される場合、以下でより十分に議論されるもの等の、プロセスから除去されるポリマー成分（例えばPVB）を指す。一般に、可塑化ポリマーを得るために、以下でより十分に議論されるもの等の可塑剤が樹脂に添加される。さらに、本明細書においてさらに議論されるように、樹脂は、ポリマーおよび可塑剤に加えて、例えばアセート、塩およびアルコールを含む他の成分を有してもよい。しかしながら、以下でより詳細に議論されるように、本発明の実施形態に従って形成されたポリマー

40

50

中間層は、アルカリ塩の量が低減された、より具体的にはいくつかの実施形態において一価アルカリ金属塩の量が低減された（典型的な中間層と比較して）樹脂で形成された1つまたは複数の層を有し得る。

【0021】

【0024】ポリ（ビニルブチラール）（「PVB」）中間層がしばしば本出願においてポリマー中間層のポリマー樹脂として具体的に議論されるが、PVB中間層以外の他の熱可塑性中間層が使用されてもよいことが理解されるべきであることにも留意されたい。企図されるポリマーは、これらに限定されないが、ポリウレタン、ポリ塩化ビニル、ポリ（エチレン酢酸ビニル）およびそれらの組合せを含む。これらのポリマーは、単独で、または他のポリマーと組み合わせて利用され得る。したがって、本出願においてPVB中間層に

10

【0022】

【0025】本明細書において使用される場合、「分子量」という用語は、重量平均分子量（Mw）を指す。PVB樹脂の分子量は、約50,000～約600,000、約70,000～約450,000、または約100,000～約425,000ダルトンの範囲内であってもよい。

20

【0023】

【0026】PVB樹脂は、酸触媒の存在下でポリビニルアルコール（「PVOH」）をブチルアルデヒドと反応させることによる既知の水性または溶媒アセタール化プロセス、分離、安定化、および樹脂の乾燥により生成され得る。そのようなアセタール化プロセスは、例えば、参照によりその開示全体が本明細書に組み込まれる、米国特許第2,282,057号および米国特許第2,282,026号、ならびにWade, B. (2016)、「Vinyl Acetal Polymers」、Encyclopedia of Polymer Science and Technology、1～22頁（John Wiley & Sons, Inc.）に開示されている。

【0024】

30

【0027】本明細書において一般に「ポリ（ビニルアセタール）」、または「ポリ（ビニルブチラール）」と呼ばれるが、本明細書に記載の樹脂は、イソブチルアルデヒドを含むがこれに限定されない任意の好適なアルデヒドの残渣を含み得る。いくつかの実施形態において、1種または複数種のポリ（ビニルアセタール）樹脂は、少なくとも1種のC₁～C₁₀アルデヒド、または少なくとも1種のC₄～C₈アルデヒドの残渣を含み得る。好適なC₄～C₈アルデヒドの例は、これらに限定されないが、n-ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒド、2-メチルバレールアルデヒド、n-ヘキシルアルデヒド、2-エチルヘキシルアルデヒド、n-オクチルアルデヒド、およびそれらの組合せを含み得る。

【0025】

【0028】多くの実施形態において、ポリマー層または中間層を形成するために、ポリマー樹脂に可塑剤が添加される。可塑剤は、一般に、得られるポリマー中間層の柔軟性および耐久性を増加させるためにポリマー樹脂に添加される。可塑剤は、ポリマー鎖の間に埋め込まれ、ポリマー鎖を離間させ（「自由体積」を増加させ）、ひいてはポリマー樹脂のガラス転移温度（T_g）を大幅に低下させて、材料をより軟質にすることによって機能する。これに関して、中間層中の可塑剤の量は、ガラス転移温度（T_g）に影響するように調節され得る。ガラス転移温度（T_g）は、中間層のガラス状態からゴム状態への転移を示す温度である。一般に、より多量の可塑剤投入は、より低い（T_g）をもたらし得る。いくつかの実施形態において、例えば中間層が音響三層である場合、内側コア層（すなわち軟質層）は、約20℃未満のガラス転移温度を有し、一方外側スキン層（例えば硬質層）は、約25℃超のガラス転移温度を有する。

40

50

【0026】

【0029】企図される可塑剤は、これらに限定されないが、多塩基酸のエステル、多価アルコール、トリエチレングリコールジ（２－エチルブチレート）、トリエチレングリコールジ（２－エチルヘキサノート）（「３－GEH」として知られる）、トリエチレングリコールジヘプタノエート、テトラエチレングリコールジヘプタノエート、ジヘキシルアジペート、ジオクチルアジペート、ヘキシルシクロヘキシルアジペート、ヘプチルアジペートおよびノニルアジペートの混合物、ジイソノニルアジペート、ヘプチルノニルアジペート、ジブチルセバケート、ならびにポリマー可塑剤、例えば油変性セバシン酸アルキド、ならびにホスフェートおよびアジペートの混合物、ならびにそれらの混合物および組合せを含む。３－GEHが特に好ましい。好適な可塑剤の他の例は、これらに限定されないが、テトラエチレングリコールジ（２－エチルヘキサノエート）（「４－GEH」）、ジ（ブトキシエチル）アジペート、およびビス（２－（２－ブトキシエトキシ）エチル）アジペート、ジオクチルセバケート、ノニルフェニルテトラエチレングリコール、およびそれらの混合物を含み得る。

10

【0027】

【0030】他の好適な可塑剤は、上述の可塑剤を含むがそれらに限定されない２種以上の異なる可塑剤のブレンドを含み得る。さらに他の好適な可塑剤、または可塑剤のブレンドは、芳香族の群、例えばポリアジペート、エポキシド、フタレート、テレフタレート、ベンゾエート、トルエート、メリテート、および他の特殊可塑剤から形成されてもよい。さらなる例は、これらに限定されないが、ジプロピレングリコールジベンゾエート、トリプロピレングリコールジベンゾエート、ポリプロピレングリコールジベンゾエート、イソデシルベンゾエート、２－エチルヘキシルベンゾエート、ジエチレングリコールベンゾエート、プロピレングリコールジベンゾエート、２，２，４－トリメチル－１，３－ペンタンジオールジベンゾエート、２，２，４－トリメチル－１，３－ペンタンジオールベンゾエートイソブチレート、１，３－ブタンジオールジベンゾエート、ジエチレングリコールジ－ｏ－トルエート、トリエチレングリコールジ－ｏ－トルエート、ジプロピレングリコールジ－ｏ－トルエート、１，２－オクチルジベンゾエート、トリ－２－エチルヘキシルトリメリテート、ジ－２－エチルヘキシルテレフタレート、ビス－フェノールＡビス（２－エチルヘキサノエート）、エトキシレート化ノニルフェノール、およびそれらの混合物を含む。いくつかの実施形態において、可塑剤は、ジプロピレングリコールジベンゾエート、トリプロピレングリコールジベンゾエート、およびそれらの組合せからなる群から選択され得る。

20

30

【0028】

【0031】一般に、本出願のポリマー中間層の可塑剤含有量は、重量／重量ベースでの樹脂１００部当たりの部（「phr」）で測定される。例えば、３０グラムの可塑剤が１００グラムのポリマー樹脂に添加される場合、最終的な可塑化ポリマーの可塑剤含有量は３０phrとなる。本出願においてポリマー層の可塑剤含有量が示される場合、特定の層の可塑剤含有量は、その特定の層を製造するのに使用された溶融物中の可塑剤のphrを参照して決定される。

【0029】

【0032】本発明のいくつかの実施形態によれば、本明細書に記載の１つまたは複数のポリマー層は、少なくとも約２０phr、少なくとも約２５phr、少なくとも約３０phr、少なくとも約３５phr、少なくとも約３８phr、少なくとも約４０phr、少なくとも約４５phr、少なくとも約５０phr、少なくとも約５５phr、少なくとも約６０phr、少なくとも約６５phr、少なくとも約６７phr、少なくとも約７０phr、少なくとも約７５phrの１種または複数種の可塑剤の全可塑剤含有量を有し得る。いくつかの実施形態において、ポリマー層はまた、約１００phr以下、約８５phr以下、８０phr以下、約７５phr以下、約７０phr以下、約６５phr以下、約６０phr以下、約５５phr以下、約５０phr以下、約４５phr以下、約４０phr以下、約３８phr以下、約３５phr以下、または約３０phr以下の１種または複数種

40

50

の可塑剤を含んでもよい。いくつかの実施形態において、少なくとも1つのポリマー層の全可塑剤含有量は、約20～約40phr、約20～約38phr、または約25～約35phrの範囲内であってもよい。他の実施形態において、少なくとも1つのポリマー層の全可塑剤含有量は、約38～約90phr、約40～約85phr、または約50～70phrの範囲内であってもよい。

【0030】

【0033】中間層が複数層中間層を含む場合、中間層内の2つ以上のポリマー層は、実質的に同じ可塑剤含有量を有してもよく、および／または、ポリマー層の少なくとも1つは、他のポリマー層の1つまたは複数とは異なる可塑剤含有量を有してもよい。中間層が異なる可塑剤含有量を有する2つ以上のポリマー層を含む場合、2つの層は互いに隣接してもよい。いくつかの実施形態において、隣接するポリマー層の間の可塑剤含有量の差は、少なくとも約1phr、少なくとも約2phr、少なくとも約5phr、少なくとも約7phr、少なくとも約10phr、少なくとも約20phr、少なくとも約30phr、少なくとも約35phrおよび／または約80phr以下、約55phr以下、約50phr以下、もしくは約45phr以下、または約1～約60phr、約10～約50phr、もしくは約30～45phrの範囲内であってもよい。中間層に3つ以上の層が存在する場合、中間層のポリマー層の少なくとも2つは、例えば、互いに10phr以内、5phr以内、2phr以内、または1phr以内に収まる類似した可塑剤含有量を有してもよく、一方ポリマー層の少なくとも2つは、上記範囲に従う互いに異なる可塑剤含有量を有してもよい。

【0031】

【0034】いくつかの実施形態において、本明細書に記載の1つまたは複数のポリマー層または中間層は、例えば上に列挙された可塑剤の2種以上を含む、2種以上の可塑剤のブレンドを含んでもよい。ポリマー層が2種以上の可塑剤を含む場合、ポリマー層の全可塑剤含有量および隣接するポリマー層の間の全可塑剤含有量の差は、上記範囲の1つまたは複数に収まり得る。中間層が複数層中間層である場合、ポリマー層の1つまたは2つ以上が2種以上の可塑剤を含んでもよい。中間層が複数層中間層である場合のいくつかの実施形態において、可塑剤のブレンドを含むポリマー層の少なくとも1つは、従来の可塑化ポリマー層のガラス転移温度より高いガラス転移温度を有してもよい。これは、いくつかの場合において、例えば複数層中間層における外側「スキン」層として使用され得る層に、追加的な硬度を提供し得る。

【0032】

【0035】可塑剤に加えて、ポリマー中間層を形成するために接着調整剤（「ACA」）がポリマー樹脂に添加されてもよいこともまた企図される。モノリシック中間層または多層中間層の外層に使用される場合、ACAは、一般に、ラミネートパネルを形成する際にガラスパネルに対する中間層の接着を改変および／または改善するように機能する。そのようなACAはまた、特に内層またはコア層に使用される場合、樹脂の全体的安定性を改善するために使用され得る。金属塩は、内層またはコア層に使用される場合、酸除去剤として機能すると考えられる。企図されるACAまたは金属塩は、これらに限定されないが、一価および多価金属塩等の塩を含む。企図される塩は、例えば、カルボン酸マグネシウム／マグネシウム塩、例えばジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウム、ビス2-エチル酪酸マグネシウム、または他の有機マグネシウム塩を含む。企図されるACAはまた、酢酸マグネシウム（すなわち $Mg(OAc)_2$ ）の形態の塩を含み得る。さらに他の企図されるACAは、酢酸カリウム（すなわち酢酸アセテートのカリウム塩または「 $KOAc$ 」）の形態の一価アルカリ金属塩を含む。以下は、本発明の実施形態に従ってACAとして使用され得る一価金属塩の例示的リストである：ギ酸カリウム、2-エチル酪酸カリウム、2-エチルヘキサン酸カリウム、ギ酸ナトリウム、酢酸ナトリウム、2-エチル酪酸ナトリウム、2-エチルヘキサン酸ナトリウム等。以下は、本発明の実施形態に従ってACAとして使用され得る多価金属塩の例示的リストである：ギ酸マグネシウム、ジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウム、サリチル酸マグネシウム、ギ酸カルシウム、酢酸カルシウム

、２－エチル酪酸カルシウム、２－エチルヘキサン酸カルシウム等。さらに、企図されるＡＣＡは、参照によりその全体が本明細書に組み込まれる米国特許第５，７２８，４７２号に開示されるＡＣＡをさらに含み得る。本明細書において議論されるポリマー樹脂および／またはポリマー中間層に含まれるＡＣＡは、上で列挙された例示的ＡＣＡの様々な組合せを含み得ることが理解されている。

【００３３】

【００３６】可塑剤および金属塩に加えて、有機酸除去剤が、ポリマー中間層を形成するために使用されるポリマー樹脂に添加されてもよいことがさらに企図される。有機酸除去剤は、一般に、塩を形成せずに酸を中和するように機能する。しかしながら、ポリマー樹脂中の有機酸除去剤の使用は、樹脂および得られるポリマー層を安定化することもまた判明している。より詳細には、樹脂中の塩の存在は、いくつかの状況では、黄変および／またはバブル形成等の光学的欠陥の形成をもたらすことが理解されている。そのような光学的欠陥は、塩が位置する樹脂中の核形成部位の形成に起因すると考えられる。樹脂中の塩の存在は、ＡＣＡ（一般に塩で構成される）、可塑剤の分解、樹脂の分解、および／または有機揮発物質の酸化の結果であり得る。しかしながら、単にＡＣＡまたは金属塩をポリマー樹脂から除去するのは問題となり得る。以下でより詳細に説明されるように、ポリマー樹脂中に使用されるＡＣＡまたは金属塩の量の低減は、樹脂を不安定化し、得られるポリマー層、ポリマー中間層、および／またはラミネートガラスパネルの黄変の増加等の光学的欠陥をもたらし得る。そのような光学的欠陥に対応するために、本発明の実施形態は、金属塩の代わりに、またはそれに加えて、ポリマー樹脂中での有機酸除去剤の使用を取り入れている。以下でより詳細に説明されるように、そのような有機酸除去剤の使用は、ポリマー樹脂（ならびに得られるポリマー層および／または中間層）を安定化することが判明している。

【００３４】

【００３７】一般に、有機酸除去剤は、エポキシド誘導体、例えばモノエポキシド、ジエポキシド、および／またはエポキシ化植物油を含み得る。好適なモノエポキシドの例は、ＭＣＳ１５６２として商品化されている２－エチルヘキシルエポキシシクロヘキシルカルボキシレートである。図３は、ＭＣＳ１５６２の構造式を示す。好適なジエポキシドの例は、エピクロルヒドリンおよびポリプロピレングリコールの反応から生成された液体エポキシ樹脂であり、これはＤow Chemical CompanyによりＤＥＲ 732として商品化されている。図４は、ＤＥＲ 732の構造式を示す。好適なエポキシ化植物油は、大豆油、亜麻仁油等を含む。さらに、企図される有機酸除去剤はまた、エポキシ化ステアリン酸オクチルまたはエポキシ化ポリブタジエンを含み得る。

【００３５】

【００３８】最終生成物における性能を向上させ、ある特定の追加的な特性を中間層に付与するために、他の添加剤がポリマー中間層を形成するポリマー樹脂に組み込まれてもよい。そのような添加剤は、当業者に知られている添加剤の中でも、これらに限定されないが、染料、顔料、安定剤（例えば紫外線安定剤）、酸化防止剤、ブロッキング防止剤、難燃剤、ＩＲ吸収剤または遮断剤（例えばインジウムスズ酸化物、アンチモンズズ酸化物、六ホウ化ランタン（Ｌa B₆）およびセシウムタングステン酸化物）、加工助剤、流動促進剤、潤滑剤、耐衝撃性改良剤、核形成剤、熱安定剤、ＵＶ吸収剤、ＵＶ安定剤、分散剤、界面活性剤、キレート剤、カップリング剤、接着剤、プライマー、補強添加剤、および充填剤を含む。

【００３６】

【００３９】本出願のポリマー中間層のポリマー樹脂成分を説明するために使用される１つのパラメータは、残留ヒドロキシル含有量（ビニルヒドロキシル含有量またはポリ（ビニルアルコール）（「ＰＶＯＨ」）含有量として）である。残留ヒドロキシル含有量は、加工が完了した後のポリマー鎖上の側基として残るヒドロキシル基の量を指す。例えば、ＰＶＢは、ポリ（酢酸ビニル）をポリ（ビニルアルコール）に加水分解し、次いでポリ（ビニルアルコール）をブチルアルデヒドと反応させてＰＶＢを形成することによって製造さ

れ得る。ポリ（酢酸ビニル）の加水分解プロセスにおいて、典型的には、全ての酢酸側基がヒドロキシル基に変換されとは限らない。さらに、典型的には、ブチルアルデヒドとの反応によって全てのヒドロキシル基がアセタール基に変換されとは限らない。結果として、任意の最終的なPVBにおいて、典型的には残留酢酸基（例えば酢酸ビニル基）および残留ヒドロキシル基（例えばビニルヒドロキシル基）がポリマー鎖上の側基として存在する。一般に、ポリマーの残留ヒドロキシル含有量は、ポリマー製造プロセスにおける他の変量の中でも、反応時間および反応物質濃度を制御することによって調整され得る。本明細書においてパラメータとして使用される場合、残留ヒドロキシル含有量は、ASTM D-1396に従い、重量パーセント（wt. %）基準で測定される。

【0037】

【0040】様々な実施形態において、ポリ（ビニルブチラール）樹脂は、約8～約35 wt. %のPVOHとして計算される残留ヒドロキシル基、約13～約30 wt. %のPVOHとして計算される残留ヒドロキシル基、または約15～約22 wt. %のPVOHとして計算される残留ヒドロキシル基を含み、本明細書に開示される高剛性中間層のいくつかの場合では、層の1つまたは複数において、ポリ（ビニルブチラール）樹脂は、約19 wt. %超のPVOHとして計算される残留ヒドロキシル基、約20 wt. %超のPVOHとして計算される残留ヒドロキシル基、約20.4 wt. %超のPVOHとして計算される残留ヒドロキシル基、および約21 wt. %超のPVOHとして計算される残留ヒドロキシル基を含む。

【0038】

【0041】いくつかの実施形態において、中間層の少なくとも1つのポリマー層において使用されるポリ（ビニルブチラール）樹脂は、上述のように測定される少なくとも約18 wt. %、少なくとも約18.5 wt. %、少なくとも約18.7 wt. %、少なくとも約19 wt. %、少なくとも約19.5 wt. %、少なくとも約20 wt. %、少なくとも約20.5 wt. %、少なくとも約21 wt. %、少なくとも約21.5 wt. %、少なくとも約22 wt. %、少なくとも約22.5 wt. %、および／または約30 wt. %以下、約29 wt. %以下、約28 wt. %以下、約27 wt. %以下、約26 wt. %以下、約25 wt. %以下、約24 wt. %以下、約23 wt. %以下、もしくは約22 wt. %以下の残留ヒドロキシル含有量を有するポリ（ビニルブチラール）樹脂を含んでもよい。

【0039】

【0042】さらに、本明細書に記載の中間層における1つまたは複数の他のポリマー層は、より低い残留ヒドロキシル含有量を有する別のポリ（ビニルブチラール）樹脂を含んでもよい。例えば、いくつかの実施形態において、中間層の少なくとも1つのポリマー層は、上述のように測定される少なくとも約8 wt. %、少なくとも約8.5 wt. %、少なくとも約9 wt. %、少なくとも約9.5 wt. %、少なくとも約10 wt. %、少なくとも約10.5 wt. %、少なくとも約11 wt. %、少なくとも約11.5 wt. %、少なくとも約12 wt. %、少なくとも約13 wt. %および／または約16 wt. %以下、約15 wt. %以下、約14 wt. %以下、約13.5 wt. %以下、約13 wt. %以下、約12 wt. %以下、もしくは約11.5 wt. %以下の残留ヒドロキシル含有量を有するポリ（ビニルブチラール）樹脂を含んでもよい。

【0040】

【0043】中間層が2つ以上のポリマー層を含む場合、層は、実質的に同じ残留ヒドロキシル含有量を有するポリ（ビニルブチラール）樹脂を含んでもよく、または、各層におけるポリ（ビニルブチラール）樹脂の残留ヒドロキシル含有量は、互いに異なってもよい。2つ以上の層が実質的に同じ残留ヒドロキシル含有量を有するポリ（ビニルブチラール）樹脂を含む場合、各層におけるポリ（ビニルブチラール）樹脂の残留ヒドロキシル含有量の間の差は、約2 wt. %未満、約1 wt. %未満、または約0.5 wt. %未満であってもよい。本明細書において使用される場合、「重量パーセント異なる」および「～の間

の差は少なくとも～重量パーセントである」という用語は、1つの数字を他の数字から差し引くことにより計算される、2つの所与の重量パーセンテージの間の差を指す。例えば、12 wt. %の残留ヒドロキシル含有量を有するポリ（ビニルアセタール）樹脂は、14 wt. %の残留ヒドロキシル含有量を有するポリ（ビニルアセタール）樹脂と2 wt. %異なる残留ヒドロキシル含有量を有する（14 wt. %－12 wt. %＝2 wt. %）。本明細書において使用される場合、「異なる」という用語は、別の値より高い、または低い値を指し得る。別段に指定されない限り、本明細書における全ての「差」は差の数値を指し、数字が差し引かれる順番に起因する値の特定の符号を指すものではない。したがって、別段に記されない限り、本明細書における全ての「差」は、2つの数の間の差の絶対値を指す。

10

【0041】

【0044】2つ以上の層が異なる残留ヒドロキシル含有量を有するポリ（ビニルブチラール）樹脂を含む場合、ポリ（ビニルブチラール）樹脂の残留ヒドロキシル含有量の間の差は、上述のように測定される少なくとも約2 wt. %、少なくとも約3 wt. %、少なくとも約4 wt. %、少なくとも約5 wt. %、少なくとも約6 wt. %、少なくとも約7 wt. %、少なくとも約8 wt. %、少なくとも約9 wt. %、少なくとも約10 wt. %、少なくとも約12 wt. %、少なくとも約15 wt. %であってもよい。

【0042】

【0045】樹脂はまた、ポリビニルエステル、例えばアセテートとして計算される35 wt. %未満の残留エステル基、30 wt. %未満、25 wt. %未満、15 wt. %未満、13 wt. %未満、11 wt. %未満、9 wt. %未満、7 wt. %未満、5 wt. %未満、3 wt. %未満、または1 wt. %未満の残留エステル基を含んでもよく、残りはアセタール、好ましくはブチルアルデヒドアセタールであるが任意選択で微量の他のアセタール基、例えば2-エチルヘキサナール基を含んでもよい（例えば、参照によりその開示全体が本明細書に組み込まれる米国特許第5,137,954号を参照されたい）。樹脂の残留アセテート含有量はまた、ASTM D-1396に従って決定され得る。

20

【0043】

【0046】いくつかの実施形態において、上述のように、中間層のポリマー層の1つまたは複数、ポリ（ビニルアセタール）樹脂から形成されてもよい。そのようなポリ（ビニルアセタール）樹脂は、上述のように測定される少なくとも約1 wt. %、少なくとも約3 wt. %、少なくとも約5 wt. %、少なくとも約7 wt. %および／または約15 wt. %以下、約12 wt. %以下、約10 wt. %以下、約8 wt. %以下の残留アセテート含有量を有してもよい。中間層が複数層中間層を備える場合、2つ以上のポリマー層は、実質的に同じ残留アセテート含有量を有する樹脂を含んでもよく、または、様々な層における1つもしくは複数の樹脂は、実質的に異なるアセテート含有量を有してもよい。2つ以上の樹脂の残留アセテート含有量が実質的に同じである場合、残留アセテート含有量の差は、例えば、約3 wt. %未満、約2 wt. %未満、約1 wt. %未満、または約0.5 wt. %未満であってもよい。いくつかの実施形態において、複数層中間層における2つ以上のポリ（ビニルブチラール）樹脂の間の残留アセテート含有量の差は、少なくとも約3 wt. %、少なくとも約5 wt. %、少なくとも約8 wt. %、少なくとも約15 wt. %、少なくとも約20 wt. %、または少なくとも約30 wt. %であってもよい。そのような樹脂が複数層中間層において利用される場合、異なる残留アセテート含有量を有する樹脂は、隣接するポリマー層内に存在してもよい。複数層中間層が、内側「コア」層を包囲する、または挟み込む1対の外側「スキン」層を含む3層中間層である場合、例えば、コア層は、より高い、またはより低い残留アセテート含有量を有する樹脂を含んでもよい。同時に、内側コア層内の樹脂は、外側スキン層の残留ヒドロキシル含有量より高く、または低く、前に示された範囲のうちの1つまたは複数の範囲内に収まる残留ヒドロキシル含有量を有し得る。

30

40

【0044】

【0047】より高いまたはより低い残留ヒドロキシル含有量および／または残留アセテ

50

ト含有量を有するポリ（ビニルアセタール）樹脂はまた、少なくとも1種の可塑剤と組み合わせられる場合、最終的に異なる量の可塑剤を含み得る。その結果、異なる組成を有する第1および第2のポリ（ビニルアセタール）樹脂で形成された層またはドメインはまた、単一ポリマー層または中間層内で異なる特性を有し得る。特筆すべきことに、所与の種類の可塑剤に関して、ポリマーに対する可塑剤の適合性は、概ねポリマーのヒドロキシル含有量によって決定される。より高い残留ヒドロキシル含有量を有するポリマーは、典型的には、可塑剤適合性または容量の低下に相関する。逆に、より低い残留ヒドロキシル含有量を有するポリマーは、典型的には、可塑剤適合性または容量の増加をもたらす。その結果、より高い残留ヒドロキシル含有量を有するポリ（ビニルアセタール）樹脂は、可塑化されにくい傾向があり、より低い残留ヒドロキシル含有量を有する同様の樹脂よりも高い硬度を示す。逆に、より低い残留ヒドロキシル含有量を有するポリ（ビニルアセタール）樹脂は、所与の可塑剤により可塑化された場合、より多量の可塑剤を組み込む傾向を有し得、これは、より高い残留ヒドロキシル含有量を有する同様の樹脂よりも低いガラス転移温度を示すより軟質のポリマー層をもたらし得る。特定の樹脂および可塑剤に応じて、これらの傾向は逆になり得る。

10

【0045】

【0048】異なるレベルの残留ヒドロキシル含有量を有する2種のポリ（ビニルアセタール）樹脂が可塑剤とブレンドされる場合、より低い残留ヒドロキシル含有量を有する層またはドメインにより多くの可塑剤が存在し得、より高い残留ヒドロキシル含有量を有する層またはドメインにより少ない可塑剤が存在し得るように、可塑剤は、ポリマー層またはドメインの間に分配され得る。最終的には、2つの樹脂の間で平衡状態が達成される。一般に、ポリマーの残留ヒドロキシル含有量と可塑剤適合性／容量との間のこの相関は、ポリマー樹脂への適切な量の可塑剤の添加を可能にし、多層中間層内の可塑剤含有量の差を安定して維持するために操作および利用され得る。そのような相関はまた、さもなくば可塑剤が樹脂間で移動する場合、2つ以上の樹脂間の可塑剤含有量の差を安定して維持する。

20

【0046】

【0049】中間層内の可塑剤の移動の結果、1つまたは複数のポリマー層のガラス転移温度は、単独で、または複数層中間層の一部として測定された場合に異なり得る。いくつかの実施形態において、中間層は、中間層の外側に、少なくとも約33℃、少なくとも約34℃、少なくとも約35℃、少なくとも約36℃、少なくとも約37℃、少なくとも約38℃、少なくとも約39℃、少なくとも約40℃、少なくとも約41℃、少なくとも約42℃、少なくとも約43℃、少なくとも約44℃、少なくとも約45℃、または少なくとも約46℃のガラス転移温度を有する少なくとも1つのポリマー層を含み得る。いくつかの実施形態において、同じ層が、ポリマー層内で少なくとも約34℃、少なくとも約35℃、少なくとも約36℃、少なくとも約37℃、少なくとも約38℃、少なくとも約39℃、少なくとも約40℃、少なくとも約41℃、少なくとも約42℃、少なくとも約43℃、少なくとも約44℃、少なくとも約45℃、少なくとも約46℃、少なくとも約47℃のガラス転移温度を有してもよい。

30

【0047】

【0050】同じまたは他の実施形態において、複数層中間層の少なくとも1つの他のポリマー層は、中間層が中間層の一部ではない場合に測定される30℃未満のガラス転移温度を有してもよく、また例えば、約25℃以下、約20℃以下、約15℃以下、約10℃以下、約9℃以下、約8℃以下、約7℃以下、約6℃以下、約5℃以下、約4℃以下、約3℃以下、約2℃以下、約1℃以下、約0℃以下、約-1℃以下、約-2℃以下、または約-5℃以下のガラス転移温度を有してもよい。同じポリマー層は、中間層の外側で測定される約25℃以下、約20℃以下、約15℃以下、約10℃以下、約9℃以下、約8℃以下、約7℃以下、約6℃以下、約5℃以下、約4℃以下、約3℃以下、約2℃以下、約1℃以下、または約0℃以下のガラス転移温度を有してもよい。

40

【0048】

50

[0051]いくつかの実施形態によれば、2つのポリマー層、典型的には中間層内の隣接するポリマー層のガラス転移温度の間の差は、少なくとも約5℃、少なくとも約10℃、少なくとも約15℃、少なくとも約20℃、少なくとも約25℃、少なくとも約30℃、少なくとも約35℃、少なくとも約40℃、または少なくとも約45℃であってもよく、他の実施形態において、2つ以上のポリマー層は、互いの約5℃以内、約3℃以内、約2℃以内、または約1℃以内のガラス転移温度を有してもよい。一般に、より低いガラス転移温度の層は、中間層内のより高いガラス転移温度の層よりも低い硬度を有し、最終的な中間層構造体においてより高いガラス転移温度のポリマー層の間に位置してもよい。

【0049】

[0052]例えば、本出願のいくつかの実施形態において、軟質層の増加した音響減衰特性が、硬質／剛性層の機械的強度と組み合わせられて、多層中間層を形成する。これらの実施形態において、中央の軟質層は、2つの硬質／剛性外側層の間に挟まれる。この（硬質）／／（軟質）／／（硬質）の構成は、取扱いが容易で、従来のラミネーション法に使用され得、また比較的薄く軽量の層で構築され得る多層中間層を形成する。軟質層は、一般に、より低い残留ヒドロキシル含有量（例えば16wt.%以下、15wt.%以下、もしくは12wt.%以下、もしくは上で開示された範囲のいずれか）、より高い可塑剤含有量（例えば約48phr以上、もしくは約70phr以上、もしくは上で開示された範囲のいずれか）および／またはより低いガラス転移温度（例えば30℃未満、もしくは10℃未満、もしくは上で開示された範囲のいずれか）を特徴とする。

【0050】

[0053]本明細書に記載のポリマー中間層シートは、複数層パネル（例えばガラスラミネート）において使用され得るポリマー中間層シートを製造する、当業者に知られている任意の好適なプロセスによって製造され得ることが企図される。例えば、ポリマー中間層シートは、溶液キャスト、圧縮成形、射出成形、溶融押出、メルトブロー、または、当業者に知られているポリマー中間層シートの生成および製造のための任意の他の手順により形成され得ることが企図される。さらに、複数のポリマー中間層が利用される実施形態において、これらの複数のポリマー中間層は、共押出、ブローフィルム、ディップコーティング、溶液コーティング、ブレード、パドル、エアナイフ、印刷、粉末コーティング、スプレーコーティング、または当業者に知られている他のプロセスにより形成され得ることが企図される。当業者に知られているポリマー中間層シートの製造のための全ての方法が、本明細書に記載のポリマー中間層シートを製造するための可能な方法として企図されるが、本出願は、押出および／または共押出プロセスにより製造されたポリマー中間層シートに注目する。本開示の最終的な複数層ガラスパネルラミネートは、当技術分野において知られているプロセスを使用して形成される。

【0051】

[0054]押出プロセスにおいて、上述の樹脂および可塑剤、ACCA、金属塩、ならびに／または有機酸除去剤のいずれかを含む、熱可塑性樹脂および可塑剤、ACCA、ならびに／または金属塩、ならびに／または有機酸除去剤は、一般に、事前に混合され、押出機デバイス内に供給される。着色剤およびUV阻害剤（液体、粉末またはペレット形態）等の他の添加剤が使用されてもよく、押出機デバイスに到達する前に樹脂中に混合され得る。これらの添加剤は、熱可塑性ポリマー樹脂中、また押出により最終的なポリマー中間層シート中に組み込まれて、ポリマー中間層シートのある特定の特性および最終的な複数層ガラスパネル製品におけるその性能を高める。

【0052】

[0055]押出機デバイスにおいて、上述の樹脂、可塑剤および他の添加剤のいずれかを含む熱可塑性原材料および可塑剤の粒子はさらに混合および溶融され、温度および組成が略均一な溶融物を生成する。本発明の実施形態は、約200℃の溶融温度を提供し得る。溶融物が押出機デバイスの末端に到達したら、溶融物は押出機ダイに押し込まれる。押出機ダイは、最終的なポリマー中間層シート生成物にその外形を付与する押出機デバイスの部品である。ダイは、一般に、リップにより画定される開口部を有し、その1つの寸法は

垂直寸法より大幅に大きい。一般に、ダイは、溶融物が円筒形の外形から一様に流動してダイから出て生成物の最終外形形状になるように設計される。連続的プロファイルが存在する限り、ダイによって、最終ポリマー中間層シートに複数の形状が付与されてもよい。一般に、その最も基本的な意味において、押出は、固定された断面プロファイルの物体を形成するために使用されるプロセスである。これは、最終生成物の所望の断面のダイを通して材料を押出すまたは引き出すことによって達成される。

【0053】

【0056】いくつかの実施形態において、共押出プロセスが利用され得る。共押出は、ポリマー材料の複数の層が同時に押出されるプロセスである。一般に、この種の押出は、異なる粘度または他の特性の異なる熱可塑性溶融物の安定した処理体積を溶融し、共押出ダイを通して所望の最終形態として送達するために、2つ以上の押出機を利用する。例えば、本発明の複数層中間層（例えば三層中間層の形態）は、好ましくは、第1のダイマニホールド、第2のダイマニホールド、および第3のダイマニホールドを含む複数マニホールド共押出デバイスを使用して共押出され得る。共押出デバイスは、ダイを通して開口部の外に、各マニホールドからポリマー溶融物を同時に押出すことによって動作し得、複数層中間層は、3つの個々のポリマー層の複合材として押出される。ポリマー溶融物は、コア層がスキン層の間に挟まれた三層中間層の製造をもたらすために、コア層がスキン層の間に位置付けられるようにダイを通して流動し得る。ダイ開口部は、開口部のいずれかの側に位置付けられた1対のリップを含み得る。ポリマー溶融物の位置的配向を考えると、スキン層はリップに接触してもよい。いずれにしても、中間層厚は、ダイ開口部に位置するダイリップの間の距離を調節することによって変更され得る。

【0054】

【0057】共押出プロセスにおいて押出ダイから出る複数ポリマー層の厚さは、一般に、押出ダイを通る溶融物の相対速度の調節、および個々のダイリップのサイズによって制御され得る。いくつかの実施形態によれば、複数層中間層の全厚は、少なくとも約13ミル、少なくとも約20ミル、少なくとも約25ミル、少なくとも約27ミル、少なくとも約30ミル、少なくとも約31ミルおよび／または約75ミル以下、約70ミル以下、約65ミル以下、約60ミル以下であってもよく、または、約13～約75ミル、約25～約70ミル、もしくは約30～60ミルの範囲内であってもよい。中間層が2つ以上のポリマー層を備える場合、層のそれぞれは、少なくとも約2ミル、少なくとも約3ミル、少なくとも約4ミル、少なくとも約5ミル、少なくとも約6ミル、少なくとも約7ミル、少なくとも約8ミル、少なくとも約9ミル、少なくとも約10ミルおよび／または約50ミル以下、約40ミル以下、約30ミル以下、約20ミル以下、約17ミル以下、約15ミル以下、約13ミル以下、約12ミル以下、約10ミル以下、約9ミル以下の厚さを有してもよい。いくつかの実施形態において、層のそれぞれは、ほぼ同じ厚さを有してもよく、他の実施形態において、1つまたは複数の層が、中間層内の1つまたは複数の他の層と異なる厚さを有してもよい。所望の用途および特性に応じて、他の厚さが選択されてもよい。

【0055】

【0058】中間層が少なくとも3つのポリマー層を備えるいくつかの実施形態において、内側層の1つ以上は、他の外側層に比べて比較的薄くてもよい。例えば、複数層中間層が三層中間層であるいくつかの実施形態において、最内層は、約12ミル以下、約10ミル以下、約9ミル以下、約8ミル以下、約7ミル以下、約6ミル以下、約5ミル以下の厚さを有してもよく、または、約2～約12ミル、約3～約10ミル、もしくは約4～約9ミルの範囲内の厚さを有してもよい。同じまたは他の実施形態において、外側層のそれぞれの厚さは、少なくとも約4ミル、少なくとも約5ミル、少なくとも約6ミル、少なくとも約7ミルおよび／または約15ミル以下、約13ミル以下、約12ミル以下、約10ミル以下、約9ミル以下、約8ミル以下であってもよく、または、約2～約15ミル、約3～約13ミル、もしくは約4ミル～約10ミルの範囲内であってもよい。中間層が2つの外側層を含む場合、これらの層は、少なくとも約9ミル、少なくとも約13ミル、少なく

とも約 15 ミル、少なくとも約 16 ミル、少なくとも約 18 ミル、少なくとも約 20 ミル、少なくとも約 23 ミル、少なくとも約 25 ミル、少なくとも約 26 ミル、少なくとも約 28 ミル、もしくは少なくとも約 30 ミル、および／または約 73 ミル以下、約 60 ミル以下、約 50 ミル以下、約 45 ミル以下、約 40 ミル以下、約 35 ミル以下、または約 9 ～約 70 ミル、約 13 ～約 40 ミル、もしくは約 25 ～約 35 ミルの範囲内の合計厚さを有してもよい。

【0056】

【0059】いくつかの実施形態によれば、複数層中間層における内側層の 1 つに対する外側層の 1 つの厚さの比は、少なくとも約 1.4 : 1、少なくとも約 1.5 : 1、少なくとも約 1.8 : 1、少なくとも約 2 : 1、少なくとも約 2.5 : 1、少なくとも約 2.75 : 1、少なくとも約 3 : 1、少なくとも約 3.25 : 1、少なくとも約 3.5 : 1、少なくとも約 3.75 : 1、または少なくとも約 4 : 1 であってもよい。中間層が、1 対の外側スキン層の間に配置された内側コア層を有する三層中間層である場合、コア層の厚さに対するスキン層の 1 つの厚さの比は、上記範囲の 1 つまたは複数に収まり得る。いくつかの実施形態において、内側層に対する外側層の合計厚さの比は、少なくとも約 2.25 : 1、少なくとも約 2.4 : 1、少なくとも約 2.5 : 1、少なくとも約 2.8 : 1、少なくとも約 3 : 1、少なくとも約 3.5 : 1、少なくとも約 4 : 1、少なくとも約 4.5 : 1、少なくとも約 5 : 1、少なくとも約 5.5 : 1、少なくとも約 6 : 1、少なくとも約 6.5 : 1、もしくは少なくとも約 7 : 1、および／または約 30 : 1 以下、約 20 : 1 以下、約 15 : 1 以下、約 10 : 1 以下、約 9 : 1 以下、約 8 : 1 以下であってもよい。

【0057】

【0060】本明細書に記載の複数層中間層は、シートの長さもしくは最も長い寸法、および／または幅もしくは 2 番目に長い寸法に沿って実質的に同じ厚さを有する略平坦な中間層を備えてもよい。しかしながら、いくつかの実施形態において、本発明の複数層中間層は、楔形外形を有する少なくとも 1 つのテーパ型ゾーンを備えるテーパ型または楔形中間層であってもよい。テーパ型中間層は、例えば中間層の少なくとも 1 つの端部が他方の端部より大きい厚さを有するように、シートの長さおよび／または幅の少なくとも一部に沿って変化する厚さの外形を有する。中間層がテーパ型中間層である場合、個々の樹脂またはポリマー層のうちの少なくとも 1 つ、少なくとも 2 つ、少なくとも 3 つまたはそれ以上が、少なくとも 1 つのテーパ型ゾーンを含んでもよい。テーパ型中間層は、例えば、自動車および航空機用途でのヘッドアップディスプレイ（HUD）パネルにおいて特に有用となり得る。

【0058】

【0061】上記を鑑みて、本発明の実施形態は、光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層を含む。ポリマー中間層は、コア層、第 1 のスキン層、および第 2 のスキン層を備えてもよい。コア層は、一般に、スキン層がコア層を挟むように第 1 のスキン層と第 2 のスキン層との間に位置付けられる。特筆すべきことに、コア層は、(i) 約 10 力価未満の一価アルカリ塩、および (ii) 0.5 ～ 6 phr の範囲内の有機酸除去剤を含む樹脂を含む。

【0059】

【0062】有益には、そのような実施形態において、ポリマー中間層（または得られるラミネートガラスパネル）は、有機酸除去剤なしで形成された他のポリマー中間層（または得られるラミネートガラスパネル）に勝る改善された黄色度指数値を有する。例えば、本発明のポリマー中間層は、1 対のガラスシートの間にラミネートされてラミネートガラスパネルを形成する場合、4 未満、3 未満、2 未満、1 未満、および／または 0 未満の黄色度指数（yellowness index）値を有し得る。ポリマー中間層（または得られるラミネートガラスパネル）の「黄色度指数」は、ASTM D-1925、「プラスチックの黄色度指数の標準試験法（Standard Test Method for Yellowness Index of Plastics）」に従って、可視スペクトルの分光学的光透過率から測定され得る。さらに、ポリマー中間層（または得られ

るラミネートガラスパネル)は、有機酸除去剤なしで形成された他のポリマー中間層(または得られるラミネートガラスパネル)と比較して、低減されたバブル形成(例えば端部またはトリムバブル)を有し得る。

【0060】

[0063]本発明の実施形態の中間層および／またはラミネートパネル内のそのような黄色度指数値の改善(またはバブル形成の低減)を促進するために、中間層のコア層を形成する樹脂は、約10力価未満、約9力価未満、約8力価未満、約7力価未満、約6力価未満、約5力価未満、約4力価未満、約3力価未満、約2力価未満、約1力価未満、約0.5力価未満、および／または約0力価(すなわち、コア層は一価アルカリ塩を含まない)の一価アルカリ塩量を含み得る。代替として、中間層のコア層を形成する樹脂は、約0～10力価、0～9力価、0～8力価、0～7力価、0～6力価、0～5力価、0～4力価、0～3力価、0～2力価、0～1力価、1～10力価、1～9力価、1～8力価、1～7力価、1～6力価、1～5力価、1～4力価、1～3力価、1～2力価、2～10力価、2～9力価、2～8力価、2～7力価、2～6力価、2～5力価、2～4力価、2～3力価、3～10力価、3～9力価、3～8力価、3～7力価、3～6力価、3～5力価、3～4力価、4～10力価、4～9力価、4～8力価、4～7力価、4～6力価、4～5力価、5～10力価、5～9力価、5～8力価、5～7力価、5～6力価、6～10力価、6～9力価、6～8力価、6～7力価、7～10力価、7～9力価、7～8力価、8～10力価、8～9力価、および／または8～10の範囲内の一価アルカリ塩量を含み得る。

10

20

【0061】

[0064]本明細書で議論される該当する中間層を形成する樹脂中のACAまたは一価アルカリ塩濃度は、力価単位で提供される。「力価」は、以下の手順を使用して、シート試料中の酢酸トリウム、酢酸カリウムおよびマグネシウム塩に対して決定され得る(本明細書で使用される場合、「全アルカリ力価」)。秤量される各中間層シート試料中の樹脂の量を決定するために、以下の等式が使用され得、式中、PHRは、元のシート試料調製物中の樹脂45,400グラム(100ポンド)当たりの可塑剤のポンドとして定義される。

【0062】

【数1】

$$\text{シート試料中の樹脂のグラム} = \frac{\text{シート試料のグラム}}{(100 + \text{PHR})/100}$$

30

【0063】

[0065]シート試料中の約5グラムの樹脂が、手順を開始するためのシート試料の量を推定するために使用される標的質量であり、シート試料中の樹脂の計算質量が、各力価決定に使用される。全ての滴定は、同日に完了されるべきである。シート試料は、ビーカー内で250ミリリットルのメタノールに溶解され得る。シート試料が完全に溶解されるには、最大8時間を要し得る。メタノールのみブランクもまた、ビーカー内で調製されるべきである。試料およびブランクは、2.5のpHで停止するようにプログラムされた自動pH滴定装置を使用して、それぞれ0.00500規定塩化水素(HCl)で滴定されるべきである。4.2のpHを得るために試料およびブランクのそれぞれに添加されるHClの量が記録される。HCl力価(全アルカリ性力価)は、以下に従って決定されるべきである：

40

【0064】

【数2】

50

HCl力価 [樹脂100 g 当たりの0.01 N HClのミリリットル]

$$= \frac{50 \times (\text{試料に対するHClのミリリットル} - \text{ブランクに対するHClのミリリットル})}{\text{計算された樹脂のグラム}}$$

【0065】

【0066】マグネシウム塩力価を決定するために、以下の手順を実施することができる。
54グラムの塩化アンモニウムおよびメタノールで1リットルに希釈された350ミリリットルの水酸化アンモニウムから調製された12～15ミリリットルのpH10.00の緩衝溶液、ならびに12～15ミリリットルのエリオクロムブラックT指示薬が、全て上述のようにすでにHClで滴定されているブランクおよび各シート試料に添加されるべきである。次いで、滴定剤を、0.3263gのエチレンジアミン四酢酸四ナトリウム二水和物、メタノールで1リットルに希釈された、5ミリリットルの水から調製された0.000298g/mlのエチレンジアミン四酢酸（EDTA）溶液に替えることができる。EDTA滴定は、596nmでの光透過率により測定され得る。透過率パーセントは、まず、滴定が開始される前、溶液が明るいマゼンターピンク色である間に、試料またはブランク中で100%に調整されるべきである。596nmでの透過率が一定になったら、EDTA滴定は完了であり、溶液は濃い藍色になる。ブランクおよび各シート試料に対して、藍色の終点に達するまで滴定されたEDTAの体積が記録されるべきである。以下に従ってマグネシウム塩力価が決定される。

【0066】

【数3】

マグネシウム塩力価 [樹脂1グラム当たり 1×10^{-7} モルのマグネシウム塩として]

$$= \frac{0.000298 \frac{\text{g}}{\text{ml}} \text{ EDTA} \times (\text{試料に対するEDTAのミリリットル} - \text{ブランクに対するEDTAのミリリットル})}{(\text{シート試料中の樹脂のグラム}) \times 380.2 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ EDTA} \times 0.0000001}$$

【0067】

【0067】樹脂1グラム当たり 1×10^{-7} モルの酢酸塩としての、酢酸ナトリウムおよび／または酢酸カリウムに起因し得る全アルカリ性力価の一部は、以下に従って計算され得る。

【0068】

【数4】

酢酸ナトリウムおよび酢酸カリウム力価

$$= \text{シートのHCl力価 (全アルカリ性力価)} - (2 \times \text{全マグネシウム塩力価})$$

【0069】

【0068】一価アルカリ金属塩、例えば酢酸塩（例えば酢酸ナトリウムおよび／または酢酸カリウム）に起因し得る全アルカリ性力価の一部を決定した後、誘導結合プラズマ発光分析（ICP）によりポリマーシートに対する破壊分析を行い、カリウムのppm濃度およびナトリウムのppm濃度を得ることができる。酢酸ナトリウムに起因し得るアルカリ性力価は、本明細書において、酢酸ナトリウムおよび／または酢酸カリウムに起因し得る全アルカリ性力価に、[ナトリウムのppm / (ナトリウムのppm + カリウムのppm

）] の比率を乗じたものと定義される。酢酸カリウムに起因し得るアルカリ性力価は、本明細書において、酢酸ナトリウムおよび／または酢酸カリウムに起因し得る全アルカリ性力価に、 $[\text{カリウムの ppm} / (\text{ナトリウムの ppm} + \text{カリウムの ppm})]$ の比率を乗じたものと定義される。A C A 力価を決定するための別の例示的手順は、以前に参照により本明細書に組み込まれた米国特許第 5, 7 2 8, 4 7 2 号に記載されている。

【0070】

【0069】A C A および／または金属塩の上記の値および／または範囲は、A C A および／または金属塩の種類の様々な組合せを含み得る。例えば、上述のように、本発明の実施形態の中間層および／またはラミネートパネルのコア層に含まれる金属塩は、マグネシウム塩および／またはカリウム塩を含み得る。したがって、中間層のコア層は、マグネシウム塩およびカリウム塩の両方を含み得るが、金属塩の総量は約 1 5 力価以下、または約 1 0 力価未満の一価アルカリ金属塩である。代替の実施形態において、中間層のコア層は、一価アルカリ金属塩としてカリウム塩を含み、マグネシウム塩を含まなくてもよいが、一価アルカリ金属塩の総量は、まだ約 1 0 力価未満である。さらなる代替例において、中間層のコア層は、マグネシウム塩を含み、カリウム塩を含まなくてもよいが、マグネシウム塩の総量は、約 1 0 力価未満である。マグネシウム塩は、コアまたは内層で酸除去剤として良好に機能するが、過度に多いマグネシウム塩は、特にラミネートガラスにおいて使用された場合、シート内の望ましくないバブルをもたらす。したがって、マグネシウム塩の量は均衡化もしくは制御されなければならない、または、別の金属塩と組み合わせて使用され得る。

【0071】

【0070】さらに、本発明の実施形態の中間層および／またはラミネートパネル内の黄色度指数値の改善および／またはバブル形成の低減を促進するために、中間層のコア層はまた、少なくとも 0 . 5 p h r、少なくとも 1 p h r、少なくとも 2 p h r、少なくとも 3 p h r、少なくとも 4 p h r、少なくとも 5 p h r、または少なくとも 6 p h r の有機酸除去剤を含み得る。代替として、中間層のコア層は、約 0 . 5 ~ 6 p h r、0 . 5 ~ 5 p h r、0 . 5 ~ 4 p h r、0 . 5 ~ 3 p h r、0 . 5 ~ 2 p h r、0 . 5 ~ 1 p h r、1 ~ 6 p h r、1 ~ 5 p h r、1 ~ 4 p h r、1 ~ 3 p h r、1 ~ 2 p h r、2 ~ 6 p h r、2 ~ 5 p h r、2 ~ 4 p h r、2 ~ 3 p h r、3 ~ 6 p h r、3 ~ 5 p h r、3 ~ 4 p h r、4 ~ 6 p h r、4 ~ 5 p h r、および／または 5 ~ 6 p h r の範囲内の有機酸除去剤を含み得る。

【0072】

【0071】光学的欠陥（例えば、黄変および／またはバブル形成）の形成に抵抗する上述のポリマー中間層は、第 1 のポリマー溶融物を押出してコア層を形成し、第 2 のポリマー溶融物を押出して第 1 および第 2 のスキン層を形成することによって形成され得る。いくつかの実施形態において、第 1 のポリマー溶融物は、第 1 の押出機（例えばコア押出機）によって供給され、一方第 2 のポリマー溶融物は、第 2 の押出機（例えばスキン押出機）によって供給され、次いで 2 つのストリームに分割されてスキン層を形成する。コア層およびスキン層は一般に、コア層が第 1 のスキン層と第 2 のスキン層との間に位置付けられるように共押出される。特筆すべきことに、コア層が形成される第 1 のポリマー溶融物は、（i）約 1 0 力価未満の一価アルカリ金属塩、および（ii）0 . 5 ~ 6 p h r の範囲内の有機酸除去剤を含む樹脂を含む。

【0073】

【0072】したがって、本発明のポリマー中間層（および／または得られるラミネートガラスパネル）は、他のポリマー中間層（または他のラミネートガラスパネル）よりも低減された黄変および／またはより低いバブル形成を有する。例えば、いくつかの特定の実施形態において、ポリマー中間層、および／または 1 対のガラスパネルの間にラミネートされた本発明のポリマー中間層を介して形成された得られるラミネートガラスパネルは、4 未満、3 未満、2 未満、1 未満、および／または 0 未満の黄色度指数値を有し得る。さらに、ポリマー中間層、および／または 1 対のガラスパネルの間にラミネートされた本発明

のポリマー中間層を介して形成された得られるラミネートガラスパネルは、低レベルのバブルを有し得る。

【0074】

【0073】実施形態は、光学的欠陥が低減されたラミネートガラスパネルを形成する方法をさらに含み得る。そのような方法は、上述のポリマー中間層を1対のガラスシートの間

にラミネートして、ラミネートガラスパネルを形成するステップを含んでもよい。そのようなガラスパネルは、ある特定の実施形態において、4未満、3未満、2未満、1未満、および／または0未満の黄色度指数値を有し得る。さらに、いくつかの実施形態において、ガラスパネルは、バブル形成（例えば端部バブルもしくはトリムバブル）の低減を有し得、または、換言すれば、ガラスパネル内のバブルのレベルは、比較パネル内のレベルより低い。

10

【0075】

【0074】パネルのポリマー中間層のコア層に有機酸除去剤および低減されたレベルの金属塩を含む上述の本発明のラミネートガラスパネルに加えて、本発明の実施形態は、光学的欠陥の形成に抵抗し、有機酸除去剤を含まないが特定の種類および／または量の金属塩を含むコア層を有するポリマー中間層を用いて形成されたラミネートガラスパネル（またはラミネートガラスパネルにおける使用のためのポリマー中間層）を含み得る。例えば、本発明のある特定の実施形態は、第1のガラスシート、第2のガラスシート、および第1のガラスシートと第2のガラスシートとの間に位置付けられたポリマー層を備えるラミネートガラスパネルを含み得る。ポリマー層は、約35力価以下の金属塩を含む樹脂を含んでもよく、少なくとも5力価の一価アルカリ金属塩は、酢酸カリウムである。

20

【0076】

【0075】ある特定の実施形態において、ポリマー層は、ポリマー中間層の一部を形成するコア層であってもよい。ポリマー中間層は、コア層のいずれの側にも位置付けられる1対のスキン層をさらに含んでもよい。したがって、ポリマー中間層は、第1のポリマー層、第2のポリマー層、および第3のポリマー層を有する三層中間層を備え、第1のポリマー層は、第2のポリマー層（すなわちスキン層）と第3のポリマー層（すなわちスキン層）との間に位置付けられたコア層である。ある特定の実施形態において、コア層は、本発明の以前の実施形態に関連して説明されたように、PVB樹脂から形成されてもよい。コア層の樹脂は、酢酸カリウム、ジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウム、またはそれらの組合せを含む金属塩を用いて形成されてもよい。例えば、いくつかの実施形態において、樹脂は、少なくとも10力価、少なくとも15力価、少なくとも20力価、および／または少なくとも25力価の酢酸カリウムを含んでもよい。代替として、または追加的に、樹脂は、25力価以下、20力価以下、15力価以下、10力価以下、および／または6力価以下の酢酸カリウムを含んでもよい。代替として、または追加的に、樹脂は、少なくとも5力価、少なくとも10力価、および／または少なくとも15力価のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含んでもよい。代替として、または追加的に、樹脂は、15力価以下、10力価以下、および／または5力価以下のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含んでもよい。

30

【0077】

【0076】本発明のガラスパネルのある特定の具体的実施形態は、コア層の樹脂が約25力価以下の金属塩の組合せを有することを提供し得る。いくつかのそのような実施形態において、金属塩は、10力価未満の量の酢酸カリウムで本質的に構成され得る。さらなる実施形態において、本発明のガラスパネルは、コア層の樹脂が約15力価以下の金属塩を有することを提供し得る。ある特定のそのような実施形態において、ACAは、酢酸カリウムおよびジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムの組合せで構成され得る。例えば、コア層の樹脂は、約6力価の酢酸カリウムおよび約9力価のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含み得る。

40

【0078】

【0077】上記を鑑みて、実施形態は、低減された有機酸除去剤を有し（または有機酸除

50

去剤を有さず）、特定の種類および量の金属塩、例えばアルカリ金属塩を有するガラスパネルのポリマー層を形成することにより、低減された光学的欠陥を伴ってラミネートガラスパネルが製造されることを提供し得る。そのような低減された光学的欠陥は、許容され得る黄色度指数値を有するガラスパネルにより示され得る。いくつかの実施形態において、黄色度指数値は、約 1.00 未満、約 0.75 未満、約 0.50 未満、約 0.25 未満、約 0.00 未満、約 -0.25 未満および／または約 -0.50 未満であってもよい。さらに、いくつかの実施形態において、そのようなガラスパネルはまた、バブル形成（例えば端部バブルまたはトリムバブル）の低減を有し得る。

【0079】

実施例 1

【0078】以下でより詳細に説明されるように、11 個のラミネートガラスパネル（すなわち、EX1-GP1～EX1-GP11）を形成した。ガラスパネルのそれぞれが、特定の量の可塑剤、接着調整剤（ACA）および／または有機酸除去剤を用いて形成されたポリマー層を含んでいた。その後、以下の表 1 に示されるように、ガラスパネルのそれぞれの黄色度指数（「YI」）値を測定した。具体的には、分光光度計、例えば Hunter Lab UltraScan XE 機器（Hunter Associates、レストン、VA から市販されている）を使用して、ASTM D-1925 に従い、可視スペクトルの分光学的光透過率を使用してガラスパネルの YI を測定した。いくつかのガラスパネルでは、パネル内に形成された高い（許容され得ない）レベルのバブルまたは低い（許容され得る）レベルのバブルが存在するかどうかを決定するために、パネルの定性的評価を行った。

【0080】

【0079】より詳細には、業界標準のラミネーション脱気およびオートクレーブプロセス下で 2 つの 2.3 mm の透明アニールガラスシートの間にはポリマーシートをラミネートし、ラミネートガラス試料を形成することにより、EX1-GP1～EX1-GP11 のガラスパネルのそれぞれを形成した。EX1-GP1～EX1-GP10 ガラスパネルのそれぞれに対して、プラスチック瓶内で 50 グラムの PVB 樹脂を表 1 に列挙される量の可塑剤、金属塩、および／または有機酸除去剤と共に混合することにより、各ポリマーシートを形成した。PVB 樹脂は、10.5 重量%の残留 PVOH 含有量および 1 重量%未満の残留 PVAc 含有量を有する PVB を含んでいた。可塑剤は、3-GEH を含んでいた。1 型金属塩は、ジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含んでいた。2 型金属塩は、酢酸マグネシウムを含んでいた。3 型金属塩は、酢酸カリウムを含んでいた。1 型有機酸除去剤は、MCS1562 を含んでいた。2 型有機酸除去剤は、DER732 を含んでいた。得られた混合物を Brabender 実験室溶融ミキサーに供給し、170℃の温度で 7 分間溶融混合した。得られた溶融物をミキサーから除去し、約 0.76 mm の厚さを有するシートに圧縮して、ポリマーシートを形成した。

【0081】

10

20

30

40

50

【表 1】

表 1

ガラスパ ネル	可塑剤(phr)	金属塩 -1 型 (力価)	金属塩 -2 型 (力価)	金属塩 - 3 型 (力価)	有機酸除去 剤 -1 型 (phr)	有機酸除去剤 -2 型 (phr)	YI	バブルレベル (高/低)
EX1-GP1	50			6	5		-0.54	低
EX1-GP2	60			6	5		-0.56	低
EX1-GP3	50			6		5	-0.47	低
EX1-GP4	60			6		5	-0.51	低
EX1-GP5	50			6			6.61	N/A
EX1-GP6	60			6			4.43	N/A
EX1-GP7	50	9		6			-0.54	低
EX1-GP8	60	9		6			-0.65	低
EX1-GP9	50		9	6			6.41	N/A
EX1-GP10	60		9	6			4.49	N/A
EX1-GP11	50			25			0.76	高

N/A - 未測定

【0082】

【0080】表 1 からのデータにより例示されるように、また以下でより詳細に議論されるように、一価アルカリ金属塩および有機酸除去剤を有するポリマーシートを用いて形成されたガラスパネルは、有益に低減された Y I 値および低いバブル形成を有していたことが判明した。一般に、より低い Y I 値は、ポリマー層および／またはポリマー層を有するラミネートガラスパネルの黄変の低減、ならびにポリマー層の全体的に改善された安定性に対応することが理解されている。

【0083】

【0081】始めに、ポリマーシート中の 2 型金属塩（すなわち酢酸マグネシウム）および 3 型金属塩（すなわち酢酸カリウム）の組合せを用いて形成された EX1-GP9 および EX1-GP10 ガラスパネルでは、実験結果は、そのようなガラスパネルが、それぞれ 6.41 および 4.49 の許容され得ないほど高い Y I 値を有することを示した。対照的に、ポリマーシート中の 1 型金属塩（すなわちジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウム）および 3 型金属塩（すなわち酢酸カリウム）の組合せを用いて形成された EX1-GP7 および EX1-GP8 ガラスパネルは、それぞれ -0.54 および -0.65 の許容され得る Y I 値を有することが判明した。しかしながら、EX1-GP5 および EX1-GP6 により例示されるように、1 型金属塩がポリマーシートから除去され、低レベルの一価アルカリ金属塩（3 型金属塩）のみが存在する場合、許容され得ないほど高い Y I 値に戻った（すなわち、それぞれ 6.61 および 4.43）。

【0084】

【0082】しかしながら、ある特定の量の有機酸除去剤をポリマーシートに添加すると、ガラスパネルの Y I 値が改善される一方で、バブル形成のレベルも低く維持されたことが判明した。より詳細には、EX1-GP1～EX1-GP4 は、低減された量の一価アルカリ金属塩（すなわち 6 力価の 3 型金属塩、酢酸カリウム）および 5 phr の有機酸除去剤を有するポリマーシートを用いて形成されたガラスパネルを示す。実験結果は、そのようなガラスパネル EX1-GP1～EX1-GP4 が、改善された低減 Y I 値（すなわち、それぞれ -0.54、-0.56、-0.47 および -0.51）ならびに許容され得る（低い）バブル形成を有することを示した。上記を鑑みて、実施例 1 は、低減されたレベルの金属塩と組み合わせて低レベルの有機酸除去剤を有するポリマー層を用いて形成されたガラスパネルは、黄色度およびバブル形成等の光学的欠陥の低減を有し得ることを示している。具体的には、有機酸除去剤および低減されたレベルの金属塩を用いて形成されたポリマー層／中間層（またはそのようなポリマー層／中間層を用いて形成されたガラスパネル）は、ポリマー層の低減された変色および改善された全体的安定性に関連する低減

された黄色度指数値、ならびに低レベルのバブルを有し得る。

【0085】

【0083】簡単にEX1-GP7およびEX1-GP8ガラスパネルを参照すると、そのようなガラスパネルは、それらの各ポリマーシート中に大量の金属塩を含み、有機酸除去剤を含まない場合であっても、許容され得るYI値（すなわち1.00未満の値、それぞれ0.54および0.65）を有することが判明した。より詳細には、EX1-GP7およびEX1-GP8ガラスパネルは、ポリマーシート中の1型金属塩（すなわち9力価のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウム）および3型金属塩（すなわち6力価の酢酸カリウム）の組合せを用いて形成された。したがって、実施例1からのデータは、より多量の金属塩を有するが有機酸除去剤を有さないポリマーシートを有するラミネートガラスパネルは、それにもかかわらず、ラミネートガラスパネルのポリマーシート中に使用される金属塩の特定の種類および量に応じて許容され得るYI値を有し得ることを示している。

10

【0086】

【0084】EX1-GP11ガラスパネルはさらに、大量の金属塩を有し、有機酸除去剤を有さないポリマーシートを有するガラスパネルがまだ許容され得るYI値を提供し得るが、そのような高レベルの金属塩は、形成される高レベルのバブルにより示されるように、層の不安定性に寄与することを示した。特に、EX1-GP11ガラスパネルは、ポリマーシート中の3型金属塩（すなわち25力価の酢酸カリウム）のみを用いて形成された。表1に示されるように、EX1-GP11ガラスパネルは、約0.76という許容され得るYI値を有していたが、高レベルのバブルを有していた。

20

【0087】

比較例1

【0085】実施例1においてラミネートガラスパネルEX1-GP1～EX11に対して上述したものと同様の様式で、6つの比較ラミネートガラスパネル（すなわちCX1-GP1～CX1-GP6）を形成した。しかしながら、実施例1からのパネルとは対照的に、この比較例1のガラスパネルからのポリマーシートは、有機酸除去剤を用いずに様々な種類の界面活性剤を用いて形成された。具体的には、PVB樹脂中に5phrの1型界面活性剤、2型界面活性剤または3型界面活性剤のいずれかを混合することによって、各ポリマーシートをそれぞれ形成した。1型界面活性剤は、ポリエチレングリコールノニルフェノールエーテルを含み、約10の重合度を有し、Surfonic N-102の商品名で知られている。2型界面活性剤は、ポリエチレングリコールノニルフェノールエーテルを含み、約4の重合度を有し、Surfonic N-40の商品名で知られている。3型界面活性剤は、アルコールを含み、C12～14-二級、エトキシ化、エチレンオキシドのモル数約12であり、Tergitol 15-S-12の商品名で知られている。ガラスパネルCX1-GP1～CX1-GP6の形成後、表2に示されるように、ガラスパネルのそれぞれのYI値を測定した。

30

【0088】

【表2】

表2

40

ガラスパネル	可塑剤 (phr)	金属塩 - 1 型 (力価)	金属塩 - 3 型 (力価)	界面活性剤 - 1 型 (phr)	界面活性剤 - 2 型 (phr)	界面活性剤 - 3 型 (phr)	YI
CX1-GP1	50	18	25	5			2.82
CX1-GP2	60	18	25	5			1.26
CX1-GP3	50	18	25		5		1.88
CX1-GP4	60	18	25		5		1.40
CX1-GP5	50	18	25			5	2.23
CX1-GP6	60	18	25			5	1.93

50

【0089】

【0086】表2からのデータにより示されるように、大量の金属塩（すなわち、18力価の1型金属塩および25力価の3型金属塩を含む全43力価の金属塩）を有し、有機酸除去剤を有さないポリマーシートを用いて形成されたガラスパネルCX1-GP1～CX1-GP6は、許容され得ないほど高いYI値（すなわち1.00を超えるYI値）を有することが判明した。したがって、比較例1のガラスパネル（すなわちCX1-GP1～CX1-GP6）を実施例1の本発明ガラスパネル（すなわちEX1-GP1～EX1-GP4）と比較すると、ラミネートガラスパネルのポリマー層中の大幅に低減されたレベルの金属塩と組み合わせた有機酸除去剤の使用は、ガラスパネルの光学的欠陥（黄色度および／またはバブル形成）の低減を提供し得ることが示される。

10

【0090】

【0087】現在好ましい実施形態であると考えられているものを含むある特定の実施形態の説明と併せて本発明を開示したが、発明を実施するための形態は例示的であることを意図し、本開示の範囲を限定するように理解されるべきではない。当業者に理解されるように、本明細書において詳細に説明されているもの以外の実施形態が、本発明に包含される。本発明の趣旨および範囲から逸脱せずに、説明された実施形態の修正および変形が行われてもよい。

【0091】

【0088】さらに、本開示の任意の単一の構成要素について示された範囲、値または特徴はいずれも、本開示の他の構成要素のいずれかについて示された任意の範囲、値または特徴と交換可能に使用されて、適合する場合には、本明細書全体に示されるような構成要素のそれぞれに対する定義された値を有する実施形態を形成し得ることが理解される。例えば、残留ヒドロキシル含有量について示された範囲のいずれかに加えて、示された範囲のいずれかの可塑剤含有量を含むポリマー層が形成されて、適切な場合には、本発明の範囲内であるが列挙するには煩雑な多くの置き換えを形成し得る。

20

【0092】

【0089】ここで、本発明およびその好ましい実施形態を、番号を付した項目1～95に関してさらに説明する。

【0093】

【0090】項目1．光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層であって、第1のポリマー層；第2のポリマー層；および第3のポリマー層を備え、前記第1のポリマー層が、前記第2のポリマー層と前記第3のポリマー層との間に位置付けられ、前記第1のポリマー層が、(i)約10力価未満の一価アルカリ金属塩、および(ii)0.5～6phrの範囲内の有機酸除去剤を含む樹脂を含む、ポリマー中間層。

30

【0094】

【0091】項目2．第1のポリマー層の樹脂が、ポリ（ビニルブチラル）を含む、項目1に記載のポリマー中間層。

【0095】

【0092】項目3．第1のポリマー層中の一価アルカリ金属塩が、カリウム塩を含む、項目1に記載のポリマー中間層。

40

【0096】

【0093】項目4．第1のポリマー層中の一価アルカリ金属塩が、約9力価未満、約8力価未満、約7力価未満、約6力価未満、約5力価未満、約4力価未満、約3力価未満、約2力価未満、約1力価未満、約0.5力価未満、および／または約0力価である、項目1に記載のポリマー中間層。

【0097】

【0094】項目5．第1のポリマー層中の有機酸除去剤が、エポキシド誘導体を含む、項目1に記載のポリマー中間層。

【0098】

【0095】項目6．エポキシド誘導体が、モノーエポキシドを含む、項目5に記載のポリ

50

マー中間層。

【0099】

[0096]項目7. エポキシド誘導体が、ジエポキシドを含む、項目5に記載のポリマー中間層。

【0100】

[0097]項目8. エポキシド誘導体が、エポキシ化植物油を含む、項目5に記載のポリマー中間層。

【0101】

[0098]項目9. 第1のポリマー層中の有機酸除去剤が、約0.5~5 phr、0.5~4 phr、0.5~3 phr、1~6 phr、1~5 phr、1~4 phr、1~3 phr、2~6 phr、2~5 phr、2~4 phr、2~3 phr、3~6 phr、3~5 phr、3~4 phr、4~6 phr、4~5 phr、および／または5~6 phrの範囲内である、項目1に記載のポリマー中間層。

10

【0102】

[0099]項目10. 前記ポリマー中間層が、1対のガラスシートの間にはミネートされてミネートガラスパネルを形成する場合、そのようなガラスパネルが、4未満、3未満、2未満、1未満、および／または0未満の黄色度指数値を有する、項目1に記載のポリマー中間層。

【0103】

[00100]項目11. 前記ポリマー中間層の厚さが、前記ポリマー中間層の長さに沿って略一定である、項目1に記載のポリマー中間層。

20

【0104】

[00101]項目12. 前記ポリマー中間層の厚さが、前記ポリマー中間層が楔形を有するように前記ポリマー中間層の長さに沿って変動する、項目1に記載のポリマー中間層。

【0105】

[00102]項目13. 前記第1のポリマー層が、前記第2および第3のポリマー層より軟質である、項目1に記載のポリマー中間層。

【0106】

[00103]項目14. 光学的欠陥の形成に抵抗するミネートガラスパネルであって、第1のガラスシート；第2のガラスシート；および前記第1のガラスシートと前記第2のガラスシートとの間にミネートされたポリマー中間層を備え、前記ポリマー中間層が、第1のポリマー層、第2のポリマー層、および第3のポリマー層を備え、前記第1のポリマー層が、前記第2のポリマー層と前記第3のポリマー層との間に位置付けられ、前記第1のポリマー層が、(i)約10力価未満の一価アルカリ金属塩、および(ii)0.5~6 phrの範囲内の有機酸除去剤を含む樹脂を含む、ミネートガラスパネル。

30

【0107】

[00104]項目15. 第1のポリマー層の樹脂が、ポリ(ビニルブチラール)を含む、項目14に記載のミネートガラス。

【0108】

[00105]項目16. 第1のポリマー層中の一価アルカリ金属塩が、カリウム塩を含む、項目14に記載のミネートガラス。

40

【0109】

[00106]項目17. 第1のポリマー層中の一価アルカリ金属塩が、約9力価未満、約8力価未満、約7力価未満、約6力価未満、約5力価未満、約4力価未満、約3力価未満、約2力価未満、約1力価未満、約0.5力価未満、および／または約0力価である、項目14に記載のミネートガラス。

【0110】

[00107]項目18. 第1のポリマー層中の有機酸除去剤が、エポキシド誘導体を含む、項目14に記載のミネートガラス。

【0111】

50

【00108】項目19．エポキシド誘導体が、モノーエポキシドを含む、項目18に記載のラミネートガラス。

【0112】

【00109】項目20．エポキシド誘導体が、ジエポキシドを含む、項目18に記載のラミネートガラス。

【0113】

【00110】項目21．エポキシド誘導体が、エポキシ化植物油を含む、項目18に記載のラミネートガラス。

【0114】

【00111】項目22．第1のポリマー層中の有機酸除去剤が、約0.5～5 phr、0.5～4 phr、0.5～3 phr、1～6 phr、1～5 phr、1～4 phr、1～3 phr、2～6 phr、2～5 phr、2～4 phr、2～3 phr、3～6 phr、3～5 phr、3～4 phr、4～6 phr、4～5 phr、および／または5～6 phrの範囲内である、項目14に記載のラミネートガラス。

【0115】

【00112】項目23．前記ポリマー中間層が、1対のガラスシートの間にラミネートされてラミネートガラスパネルを形成する場合、そのようなガラスパネルが、4未満、3未満、2未満、1未満、および／または0未満の黄色度指数値を有する、項目14に記載のラミネートガラス。

【0116】

【00113】項目24．光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層であって、第1のポリマー層；第2のポリマー層；および第3のポリマー層を備え、前記第1のポリマー層が、前記第2のポリマー層と前記第3のポリマー層との間に位置付けられ、前記第1のポリマー層が、(i)約15力価以下の第1のアルカリ金属塩および第2のアルカリ金属塩を含む樹脂を含む、ポリマー中間層。

【0117】

【00114】項目25．第1のポリマー層の樹脂が、ポリ（ビニルブチラール）を含む、項目24に記載のポリマー中間層。

【0118】

【00115】項目26．第1のポリマー層中の第1のアルカリ金属塩が、マグネシウム塩を含む、項目24に記載のポリマー中間層。

【0119】

【00116】項目27．第1のポリマー層中の第2のアルカリ金属塩が、カリウム塩を含む、項目24に記載のポリマー中間層。

【0120】

【00117】項目28．第1のポリマー層中の第1のアルカリ金属塩および第2のアルカリ金属塩が、マグネシウム塩およびカリウム塩の組合せを含む、項目24に記載のポリマー中間層。

【0121】

【00118】項目29．第1のポリマー層が、有機酸除去剤を含む、項目24に記載のポリマー中間層。

【0122】

【00119】項目30．第1のポリマー層中の第1および第2のアルカリ金属塩のそれぞれが、約9力価未満、約8力価未満、約7力価未満、約6力価未満、約5力価未満、約4力価未満、約3力価未満、約2力価未満、約1力価未満、約0.5力価未満、および／または約0力価の量で存在する、項目24に記載のポリマー中間層。

【0123】

【00120】項目31．第1のポリマー層中の有機酸除去剤が、エポキシド誘導体を含む、項目24に記載のポリマー中間層。

【0124】

10

20

30

40

50

[00121]項目32. エポキシド誘導体が、モノーエポキシドを含む、項目31に記載のポリマー中間層。

[0125]

[00122]項目33. エポキシド誘導体が、ジエポキシドを含む、項目31に記載のポリマー中間層。

[0126]

[00123]項目34. エポキシド誘導体が、エポキシ化植物油を含む、項目31に記載のポリマー中間層。

[0127]

[00124]項目35. 第1のポリマー層中の有機酸除去剤が、約0.5~5 phr、0.5~4 phr、0.5~3 phr、1~6 phr、1~5 phr、1~4 phr、1~3 phr、2~6 phr、2~5 phr、2~4 phr、2~3 phr、3~6 phr、3~5 phr、3~4 phr、4~6 phr、4~5 phr、および／または5~6 phrの範囲内である、項目29に記載のポリマー中間層。 10

[0128]

[00125]項目36. 前記ポリマー中間層が、1対のガラスシートの間にラミネートされてラミネートガラスパネルを形成する場合、そのようなガラスパネルが、4未満、3未満、2未満、1未満、および／または0未満の黄色度指数値を有する、項目24に記載のポリマー中間層。

[0129]

[00126]項目37. 前記ポリマー中間層の厚さが、前記ポリマー中間層の長さに沿って略一定である、項目24に記載のポリマー中間層。 20

[0130]

[00127]項目38. 前記ポリマー中間層の厚さが、前記ポリマー中間層が楔形を有するように前記ポリマー中間層の長さに沿って変動する、項目24に記載のポリマー中間層。

[0131]

[00128]項目39. 前記第1のポリマー層が、前記第2および第3のポリマー層より軟質である、項目24に記載のポリマー中間層。

[0132]

[00129]項目40. 光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層を形成する方法であって、(a)第1のポリマー溶融物を押出して第1のポリマー層を形成するステップ；および(b)第2のポリマー溶融物を押出して、第2のポリマー層および第3のポリマー層を形成するステップを含み、前記ステップ(a)および(b)の押出時に、第1のポリマー層が、前記第2のポリマー層と第3のポリマー層との間に位置付けられ、第1のポリマー層が、(i)約10力価未満の一価アルカリ金属塩、および(ii)0.5~6 phrの範囲内の有機酸除去剤を含む樹脂を含む、方法。 30

[0133]

[00130]項目41. 前記ステップ(a)および(b)の押出が、共押出により行われ、第1のポリマー層の樹脂が、PVBを含み、第1のポリマー層中の一価アルカリ金属塩が、カリウム塩を含む、項目40に記載の方法。 40

[0134]

[00131]項目42. 第1のポリマー層の樹脂が、マグネシウム塩を含まない、項目40に記載の方法。

[0135]

[00132]項目43. 第1のポリマー層中の一価アルカリ金属塩が、約9力価未満、約8力価未満、約7力価未満、約6力価未満、約5力価未満、約4力価未満、約3力価未満、約2力価未満、約1力価未満、約0.5力価未満、および／または約0力価である、項目40に記載の方法。

[0136]

【00133】項目44．第1のポリマー層中の有機酸除去剤が、エポキシド誘導体を含む、項目40に記載の方法。

【0137】

【00134】項目45．第1のポリマー層中の有機酸除去剤が、約0.5～5phr、0.5～4phr、0.5～3phr、1～6phr、1～5phr、1～4phr、1～3phr、2～6phr、2～5phr、2～4phr、2～3phr、3～6phr、3～5phr、3～4phr、4～6phr、4～5phr、および／または5～6phrの範囲内である、項目40に記載の方法。

【0138】

【00135】項目46．（c）ポリマー中間層を1対のガラスシートの間にラミネートして、ラミネートガラスパネルを形成するステップをさらに含み、前記ステップ（c）のラミネート時に、ラミネートガラスパネルが、4未満、3未満、2未満、1未満、および／または0未満の黄色度指数値を有する、項目40に記載の方法。

10

【0139】

【00136】項目47．ポリマー中間層の厚さが、ポリマー中間層の長さに沿って略一定である、項目40に記載の方法。

【0140】

【00137】項目48．ポリマー中間層の厚さが、前記ポリマー中間層が楔形を有するようにポリマー中間層の長さに沿って変動する、項目40に記載の方法。

【0141】

【00138】項目49．第1のポリマー層が、第2および第3のポリマー層より軟質である、項目40に記載の方法。

20

【0142】

【00139】項目50．光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層を形成する方法であって、（a）第1のポリマー溶融物を押出して第1のポリマー層を形成するステップ；および（b）第2のポリマー溶融物を押出して、第2のポリマー層および第3のポリマー層を形成するステップを含み、前記ステップ（a）および（b）の押出時に、第1のポリマー層が、前記第2のポリマー層と第3のポリマー層との間に位置付けられ、前記第1のポリマー層が、（i）約15力価以下の第1のアルカリ金属塩および第2のアルカリ金属塩を含む樹脂を含む、方法。

30

【0143】

【00140】項目51．前記ステップ（a）および（b）の押出が、共押出により行われ、第1のポリマー層の樹脂が、ポリ（ビニルブチラール）を含み、第1のポリマー層中の第1のアルカリ金属塩が、マグネシウム塩を含む、項目50に記載の方法。

【0144】

【00141】項目52．第1のポリマー層中の第2のアルカリ金属塩が、カリウム塩を含む、項目50に記載の方法。

【0145】

【00142】項目53．第1のポリマー層中の第1のアルカリ金属塩および第2のアルカリ金属塩が、マグネシウム塩およびカリウム塩の組合せを含む、項目50に記載の方法。

40

【0146】

【00143】項目54．第1のポリマー層が、有機酸除去剤をさらに含む、項目50に記載の方法。

【0147】

【00144】項目55．第1のポリマー層中の第1および第2のアルカリ金属塩のそれぞれが、約9力価未満、約8力価未満、約7力価未満、約6力価未満、約5力価未満、約4力価未満、約3力価未満、約2力価未満、約1力価未満、約0.5力価未満、および／または約0力価の量で存在する、項目50に記載の方法。

【0148】

【00145】項目56．（c）ポリマー中間層を1対のガラスシートの間にラミネートし

50

て、ラミネートガラスパネルを形成するステップをさらに含み、前記ステップ（c）のラミネート時に、ラミネートガラスパネルが、4未満、3未満、2未満、1未満、および／または0未満の黄色度指数値を有する、項目50に記載の方法。

【0149】

【00146】項目57．ポリマー中間層の厚さが、ポリマー中間層の長さに沿って略一定である、項目50に記載の方法。

【0150】

【00147】項目58．ポリマー中間層の厚さが、前記ポリマー中間層が楔形を有するようにポリマー中間層の長さに沿って変動する、項目50に記載の方法。

【0151】

【00148】項目59．第1のポリマー層が、第2および第3のポリマー層より軟質である、項目50に記載の方法。

【0152】

【00149】項目60．光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層であって、第1のポリマー層、第2のポリマー層、および第3のポリマー層を備え、前記第1のポリマー層が、前記第2のポリマー層と前記第3のポリマー層との間に位置付けられ、前記第1のポリマー層が、約35力価以下のアルカリ金属塩を含む樹脂を含み、少なくとも5力価のアルカリ金属塩が、酢酸カリウムである、ポリマー中間層。

【0153】

【00150】項目61．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、約25力価以下のアルカリ金属塩を含む、項目60に記載のポリマー中間層。

【0154】

【00151】項目62．アルカリ金属塩が、酢酸カリウムで本質的に構成される、項目60に記載のポリマー中間層。

【0155】

【00152】項目63．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、約15力価以下のアルカリ金属塩を含む、項目60に記載のポリマー中間層。

【0156】

【00153】項目64．アルカリ金属塩が、酢酸カリウムおよびジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムの組合せを含む、項目60に記載のポリマー中間層。

【0157】

【00154】項目65．アルカリ金属塩が、約6力価の酢酸カリウムを含む、項目60に記載のポリマー中間層。

【0158】

【00155】項目66．アルカリ金属塩が、約9力価のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含む、項目60に記載のポリマー中間層。

【0159】

【00156】項目67．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、少なくとも10力価、少なくとも15力価、少なくとも20力価、および／または少なくとも25力価の酢酸カリウムを含む、項目60に記載のポリマー中間層。

【0160】

【00157】項目68．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、25力価以下、20力価以下、15力価以下、10力価以下、および／または6力価以下の酢酸カリウムを含む、項目60に記載のポリマー中間層。

【0161】

【00158】項目69．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、少なくとも5力価、少なくとも10力価、および／または少なくとも15力価のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含む、項目60に記載のポリマー中間層。

【0162】

【00159】項目70．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、15力価

10

20

30

40

50

以下、10力価以下、および／または5力価以下のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含む、項目60に記載のポリマー中間層。

【0163】

【00160】項目71．光学的欠陥の形成に抵抗するラミネートガラスパネルであって、第1のガラスシート；第2のガラスシート；および前記第1のガラスシートと前記第2のガラスシートとの間にラミネートされたポリマー中間層を備え、前記ポリマー中間層が、第1のポリマー層、第2のポリマー層、および第3のポリマー層を備え、前記第1のポリマー層が、前記第2のポリマー層と前記第3のポリマー層との間に位置付けられ、前記第1のポリマー層が、約35力価以下のアルカリ金属塩を含む樹脂を含み、少なくとも5力価のアルカリ金属塩が、酢酸カリウムである、ラミネートガラスパネル。

10

【0164】

【00161】項目72．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、約25力価以下のアルカリ金属塩を含む、項目71に記載のラミネートガラスパネル。

【0165】

【00162】項目73．アルカリ金属塩が、酢酸カリウムで本質的に構成される、項目71に記載のラミネートガラスパネル。

【0166】

【00163】項目74．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、約15力価以下のアルカリ金属塩を含む、項目71に記載のラミネートガラスパネル。

【0167】

20

【00164】項目75．アルカリ金属塩が、酢酸カリウムおよびジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムの組合せを含む、項目71に記載のラミネートガラスパネル。

【0168】

【00165】項目76．アルカリ金属塩が、約6力価の酢酸カリウムを含む、項目71に記載のラミネートガラスパネル。

【0169】

【00166】項目77．アルカリ金属塩が、約9力価のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含む、項目71に記載のラミネートガラスパネル。

【0170】

【00167】項目78．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、少なくとも10力価、少なくとも15力価、少なくとも20力価、および／または少なくとも25力価の酢酸カリウムを含む、項目71に記載のラミネートガラスパネル。

30

【0171】

【00168】項目79．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、25力価以下、20力価以下、15力価以下、10力価以下、および／または6力価以下の酢酸カリウムを含む、項目71に記載のラミネートガラスパネル。

【0172】

【00169】項目80．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、少なくとも5力価、少なくとも10力価、および／または少なくとも15力価のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含む、項目71に記載のラミネートガラスパネル。

40

【0173】

【00170】項目81．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、15力価以下、10力価以下、および／または5力価以下のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含む、項目71に記載のラミネートガラスパネル。

【0174】

【00171】項目82．約1.00未満の黄色度指数値を有する、項目71に記載のラミネートガラスパネル。

【0175】

【00172】項目83．前記ラミネートガラスパネルの黄色度指数値が、約0.75未満、約0.50未満、約0.25未満、約0.00未満、約-0.25未満、および／また

50

は約 -0.50 未満である、項目71に記載のラミネートガラスパネル。

【0176】

【00173】項目84．光学的欠陥の形成に抵抗するポリマー中間層を形成する方法であって、(a)第1のポリマー溶融物を押出して第1のポリマー層を形成するステップ；および(b)第2のポリマー溶融物を押出して、第2のポリマー層および第3のポリマー層を形成するステップを含み、前記ステップ(a)および(b)の押出時に、第1のポリマー層が、前記第2のポリマー層と第3のポリマー層との間に位置付けられ、前記第1のポリマー層が、約35力価以下のアルカリ金属塩を含む樹脂を含み、少なくとも5力価のアルカリ金属塩が、酢酸カリウムである、方法。

【0177】

【00174】項目85．前記ステップ(a)および(b)の押出が、共押出により行われ、第1のポリマー層の樹脂が、ポリ(ビニルブチラル)を含み、前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、約25力価以下のアルカリ金属塩を含む、項目84に記載の方法。

【0178】

【00175】項目86．アルカリ金属塩が、酢酸カリウムで本質的に構成される、項目84に記載の方法。

【0179】

【00176】項目87．前記ポリマー中間層の前記第1のポリマー層の樹脂が、約15力価以下のアルカリ金属塩を含む、項目84に記載の方法。

【0180】

【00177】項目88．アルカリ金属塩が、酢酸カリウムおよびジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムの組合せを含む、項目84に記載の方法。

【0181】

【00178】項目89．アルカリ金属塩が、約6力価の酢酸カリウムを含む、項目84に記載の方法。

【0182】

【00179】項目90．アルカリ金属塩が、約9力価のジ-2-エチルヘキサン酸マグネシウムを含む、項目84に記載の方法。

【0183】

【00180】項目91．(c)ポリマー中間層を1対のガラスシートの間にラミネートして、ラミネートガラスパネルを形成するステップをさらに含み、前記ステップ(c)のラミネート時に、ラミネートガラスパネルが、約1.00未満の黄色度指数値を有する、項目84に記載の方法。

【0184】

【00181】項目92．(c)ポリマー中間層を1対のガラスシートの間にラミネートして、ラミネートガラスパネルを形成するステップをさらに含み、前記ステップ(c)のラミネート時に、ラミネートガラスパネルが、約0.75未満、約0.50未満、約0.25未満、約0.00未満、約 -0.25 未満、および／または約 -0.50 未満の黄色度指数値を有する、項目84に記載の方法。

【0185】

【00182】項目93．ポリマー中間層の厚さが、ポリマー中間層の長さに沿って略一定である、項目84に記載の方法。

【0186】

【00183】項目94．ポリマー中間層の厚さが、前記ポリマー中間層が楔形を有するようにポリマー中間層の長さに沿って変動する、項目84に記載の方法。

【0187】

【00184】項目95．第1のポリマー層が、第2および第3のポリマー層より軟質である、項目84に記載の方法。

10

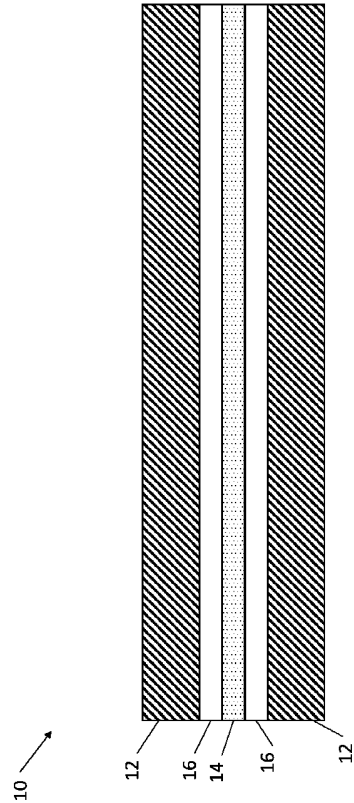
20

30

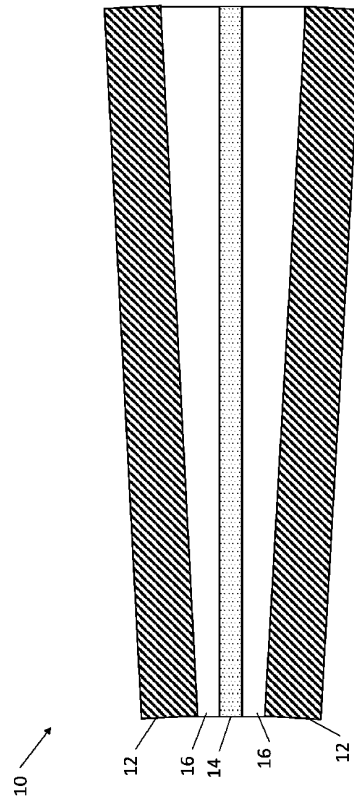
40

50

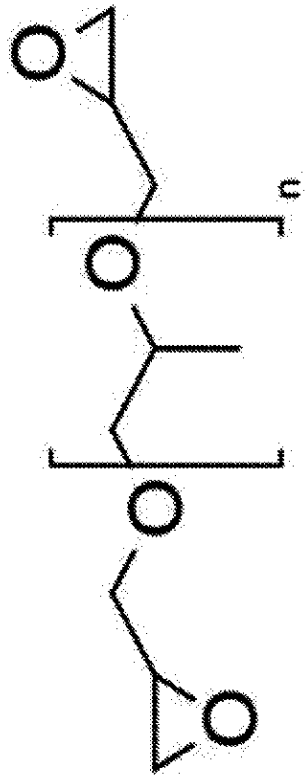
【図面】
【図 1】



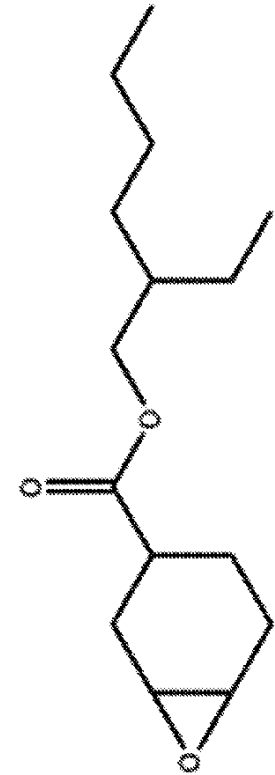
【図 2】



【図 3】



【図 4】



10

20

30

40

50

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2023/062100

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. **B32B7/02** **B32B17/10**

ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B32B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	US 2017/174868 A1 (THOMPSON BENJAMIN BRISTOL [US] ET AL) 22 June 2017 (2017-06-22) paragraphs [0002], [0010] - [0014], [0021], [0024], [0025], [0028], [0040] - [0045], [0047], [0048], [0053], [0054], [0060], [0072], [0076], [0077] paragraph [0095] claims 1-20 ----- -/--	6-15, 20 1-5, 16-19

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

17 July 2023

Date of mailing of the international search report

27/07/2023

Name and mailing address of the ISA/
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Girard, Sarah

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2023/062100

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 3 438 067 A1 (SEKISUI CHEMICAL CO LTD [JP]) 6 February 2019 (2019-02-06) paragraphs [0001], [0009] - [0015], [0020] - [0022], [0133] - [0137], [0161], [0162] examples 1-3 tables 1,2 claims 1-8 figures 1,3	1-5, 14-19
Y	----- WO 2004/011538 A2 (DU PONT [US]; SMITH REBECCA L [US] ET AL.) 5 February 2004 (2004-02-05) page 2, line 24 - page 4, line 8 examples 7,8,10,12,19,20 table 1 claims 1-13	6-15,20
X,P	----- WO 2022/187082 A1 (SOLUTIA INC [US]) 9 September 2022 (2022-09-09) paragraphs [0001], [0007], [0013] - [0016], [0025], [0045], [0050], [0051], [0055], [0064] - [0074] tables 1,2 claims 1-20	6-14
A	----- WO 2005/090459 A1 (SOLUTIA INC [US]; WADE BRUCE [US] ET AL.) 29 September 2005 (2005-09-29) page 1, line 5 - line 8 page 2, line 19 - line 23 page 3, line 7 - line 22 page 5, line 1 - line 17 page 11, line 16 - page 13, line 19 claims 1-21	1-20

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US2023/062100**Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)**

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

10

20

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

see additional sheet

1. ☒ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims;; it is covered by claims Nos.:

30

40

Remark on Protest

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- ☒ No protest accompanied the payment of additional search fees.

International Application No. PCT/US2023/062100

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210

This International Searching Authority found multiple (groups of) inventions in this international application, as follows:

1. claims: 1-5, 16-19(completely); 14, 15(partially)

the first polymer layer comprising the alkaline metal salt comprises a monovalent alkaline metal salt in less than 10 titers, and said layer also includes an organic acid scavenger in a range of 0.5 to 6 phr

2. claims: 6-10(completely); 14, 15(partially)

the first polymer layer comprising the alkaline metal salt comprises a resin including no more than about 15 titers of a first alkaline metal salt and a second alkaline metal salt

3. claims: 11-13, 20(completely); 14, 15(partially)

the first polymer layer comprising the alkaline metal salt comprises a resin including no more than about 35 titers of alkaline metal salt, wherein at least 5 titers of the alkaline metal salt is potassium acetate

10

20

30

40

50

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2023/062100

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2017174868 A1	22-06-2017	CN 108367543 A EP 3390043 A1 US 2017174868 A1 WO 2017105812 A1	03-08-2018 24-10-2018 22-06-2017 22-06-2017
EP 3438067 A1	06-02-2019	CN 108883981 A EP 3438067 A1 JP 7084140 B2 JP WO2017170728 A1 KR 20180128397 A TW 201801912 A US 2019099985 A1 WO 2017170728 A1	23-11-2018 06-02-2019 14-06-2022 14-02-2019 03-12-2018 16-01-2018 04-04-2019 05-10-2017
WO 2004011538 A2	05-02-2004	AU 2003257024 A1 CA 2494021 A1 CN 1671787 A EP 1529074 A2 JP 2005534743 A MX PA05001115 A US 2005234185 A1 US 2008277045 A1 WO 2004011538 A2	16-02-2004 05-02-2004 21-09-2005 11-05-2005 17-11-2005 28-04-2005 20-10-2005 13-11-2008 05-02-2004
WO 2022187082 A1	09-09-2022	NONE	
WO 2005090459 A1	29-09-2005	AT 418579 T AU 2005223743 A1 BR PI0508816 A CA 2559758 A1 CN 1930227 A DK 1745095 T3 EP 1745095 A1 EP 2009046 A1 ES 2319314 T3 JP 2007529598 A KR 20060129465 A PL 1745095 T3 PT 1745095 E US 2005208315 A1 WO 2005090459 A1	15-01-2009 29-09-2005 07-08-2007 29-09-2005 14-03-2007 09-03-2009 24-01-2007 31-12-2008 06-05-2009 25-10-2007 15-12-2006 30-06-2009 03-02-2009 22-09-2005 29-09-2005

フロントページの続き

,MC,ME,MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,
ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,C
O,CR,CU,CV,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IQ,I
R,IS,IT,JM,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX
,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,
SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

0 0 2 , アマースト , ケストレル・レーン 4 0

F ターム (参考) 4G061 AA02 AA07 AA11 BA02 CB03 CB16 CB19 CD02 CD03 CD18
 DA23 DA29 DA30 DA38