

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4199302号

(P4199302)

(45) 発行日 平成20年12月17日(2008.12.17)

(24) 登録日 平成20年10月10日(2008.10.10)

(51) Int.Cl. F I
C O 3 C 27/12 (2006.01) C O 3 C 27/12 D
B 3 2 B 17/10 (2006.01) B 3 2 B 17/10

請求項の数 5 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2008-513193 (P2008-513193)	(73) 特許権者	000002174
(86) (22) 出願日	平成19年4月23日(2007.4.23)		積水化学工業株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2007/058742		大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
(87) 国際公開番号	W02007/125868	(74) 代理人	100086597
(87) 国際公開日	平成19年11月8日(2007.11.8)		弁理士 宮▲崎▼主税
審査請求日	平成20年6月30日(2008.6.30)	(74) 代理人	100095382
(31) 優先権主張番号	特願2006-120685 (P2006-120685)		弁理士 目次 誠
(32) 優先日	平成18年4月25日(2006.4.25)	(72) 発明者	丸本 忠
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		滋賀県甲賀市水口町泉1259 積水化学工業株式会社内
早期審査対象出願		審査官	山崎 直也
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 合わせガラス用中間膜及び合わせガラス

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ポリビニルアセタール樹脂100重量部と、可塑剤40～75重量部とを含み、
 前記可塑剤の4～40重量%が、炭素数16～20の不飽和脂肪酸アルキルエステルであることを特徴とする、合わせガラス用中間膜。

【請求項2】

前記不飽和脂肪酸アルキルエステルがリシノール酸アルキルエステルである、請求項1に記載の合わせガラス用中間膜。

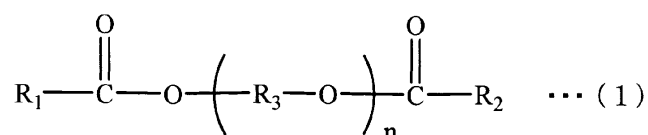
【請求項3】

前記不飽和脂肪酸アルキルエステルがオレイン酸アルキルエステルである、請求項1に記載の合わせガラス用中間膜。

【請求項4】

前記可塑剤の60～96重量%が、下記式(1)で表されるジエステル化合物である、請求項1～3のいずれか1項に記載の合わせガラス用中間膜。

【化1】



前記式(1)中、 R_1 及び R_2 は炭素数5～10の有機基であり、 R_3 は $-CH_2-CH_2-$ 基、 $-CH_2-CH(CH_3)-$ 基又は $-CH_2-CH_2-CH_2-$ 基であり、 n は4～10の整数である。

【請求項5】

少なくとも2枚の透明ガラス板の間に、請求項1～4のいずれか1項に記載の合わせガラス用中間膜が接着されていることを特徴とする、合わせガラス。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリビニルアセタール樹脂を含有する合わせガラス用中間膜に関し、より詳細には、ガラスに容易に接着させることができ、透明性に優れた合わせガラスを構成し得る合わせガラス用中間膜及び該中間膜を用いた合わせガラスに関する。

10

【背景技術】

【0002】

例えば外部衝撃を受けて破損した場合にガラス破片の飛散量が少なく、安全性に優れているため、合わせガラスは、自動車、鉄道車両、航空機、船舶または建築物等の窓ガラスとして広く使用されている。

【0003】

合わせガラスとしては、少なくとも一对の板ガラスの間に、合わせガラス用中間膜が介在されて、これらが一体化させたもの等が挙げられる。合わせガラス用中間膜としては、通常、可塑化ポリビニルアセタール樹脂膜、エチレン-酢酸ビニル共重合体樹脂膜、エチレン-アクリル共重合体樹脂膜、ポリウレタン樹脂膜、硫黄元素を含むポリウレタン樹脂膜、またはポリビニルアルコール樹脂膜等が用いられている。

20

【0004】

上記のような合わせガラス用中間膜として、下記の特許文献1には、ヒドロキシル基を2～4個有するアルコールと、酸分子に結合したヒドロキシル基を有する $C_{16} \sim C_{20}$ 不飽和脂肪酸とのマルチエステルによって可塑化された可塑化ポリビニルブチラールシートが開示されている。特許文献1では、上記マルチエステル成分に加えて、グリコールと酸分子に結合したヒドロキシル基を有する $C_{16} \sim C_{20}$ 不飽和脂肪酸とのモノエステル成分がさらに包含されている。なお、特許文献1では、積層中間膜の中に使用される混合可塑剤の量は、PVB樹脂100部当たり10～55部(phr)にすべきである旨が記載されている。

30

【0005】

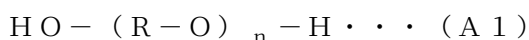
特許文献1に記載の可塑化ポリビニルブチラールシートを用いて例えば合わせガラスを構成すると、該合わせガラスでは、広範囲の温度にわたって剥離接着力や耐貫通性等が改善されると記載されている。

【0006】

他方、下記の特許文献2には、PVB(アセタール化ポリビニルアルコール)樹脂50～80重量%と、軟化剤20～50重量%とからなる中間膜が開示されている。特許文献2に記載の中間膜では、軟化剤の30～70重量%が、下記式(A1)～(A6)で表されるポリアルキレングリコールまたはその誘導体とされている。

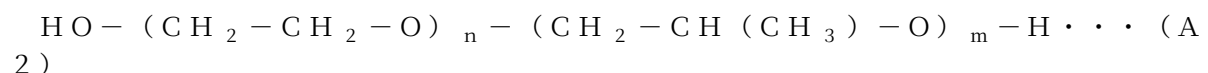
40

【0007】



上記式(A1)中、Rはアルキレン基、 $n > 5$

【0008】



上記式(A2)中、 $n > 2$ 、 $m > 3$ 、 $(n+m) < 25$

【0009】



50

A 3)

$\text{HO}-(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})_n-(\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)\text{O})_m-\text{R}_1 \cdots (\text{A} 4)$

上記式 (A 3) 又は (A 4) 中、 $n > 2$ 、 $m > 3$ 、 $(n+m) < 25$ 、 R_1 は有機基。

【0010】

$\text{R}_1-\text{O}-(\text{R}_2-\text{O})_n-\text{H} \cdots (\text{A} 5)$

上記式 (A 5) 中、 R_2 はアルキレン基、 $n \geq 2$ 、 R_1 は有機基。

【0011】

$\text{R}_1-\text{O}-(\text{R}_2-\text{O})_n-\text{R}_3 \cdots (\text{A} 6)$

上記式 (A 6) 中、 R_2 はアルキレン基、 $n > 5$ 、 R_1 及び R_3 は有機基。

10

【0012】

特許文献 2 に記載の中間膜を用いて構成された合わせガラスでは、軟化剤として上記特定の化合物が上記特定の割合で含まれるため、遮音性に優れているとされている。

【特許文献 1】特開昭 60-60149 号公報

【特許文献 2】WO 01/19747 号公報

【発明の開示】

【0013】

合わせガラスを作製する際には、透明な合わせガラスを得るために、高温・高圧下で行われるオートクレーブ処理が通常用いられている。オートクレーブ処理において、特許文献 1、2 に記載のような中間膜をガラスに接着させることにより、合わせガラスを構成することができる。

20

【0014】

しかしながら、特許文献 1、2 に記載の中間膜をガラスに接着させて透明な合わせガラスを得るためには、上述のように、高温・高圧下で行われるオートクレーブ処理が存在した。オートクレーブ処理では、例えば 1.5 MPa の高圧下、140℃で 20 分間、中間膜とガラスとを圧着する過酷な処理をする必要があった。このような処理を行うためには、大型で高価な設備が必要であり、また製造コストが高くならざるを得なかった。

【0015】

そこで、大型で高価な設備を必要とせずノンオートクレーブ処理によっても、ガラスと容易に接着させることができ、かつ透明な合わせガラスを得ることを可能とする中間膜が求められていた。

30

【0016】

本発明の目的は、上述した従来技術の現状に鑑み、ポリビニルアセタール樹脂を含有する合わせガラス用中間膜であって、ガラスに容易に接着させることができ、透明性に優れた合わせガラスを構成し得る合わせガラス用中間膜及び該中間膜を用いた合わせガラスを提供することにある。

【0017】

本発明に係る合わせガラス用中間膜は、ポリビニルアセタール樹脂 100 重量部と、可塑剤 40～75 重量部とを含み、可塑剤の 4～40 重量%が、炭素数 16～20 の不飽和脂肪酸アルキルエステルであることを特徴とする。

40

【0018】

本発明に係る合わせガラス用中間膜のある特定の局面では、不飽和脂肪酸アルキルエステルはリシノール酸アルキルエステルである。

【0019】

本発明に係る合わせガラス用中間膜の他の特定の局面では、不飽和脂肪酸アルキルエステルはオレイン酸アルキルエステルである。

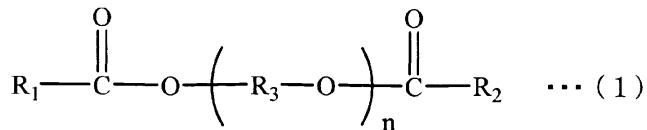
【0020】

本発明に係る合わせガラス用中間膜のさらに他の特定の局面では、可塑剤の 60～96 重量%は、下記式 (1) で表されるジエステル化合物である。

【0021】

50

【化 1】



【0022】

上述した式(1)中、 R_1 及び R_2 は炭素数 5～10 の有機基であり、 R_3 は $-CH_2-CH_2-$ 基、 $-CH_2-CH(CH_3)-$ 基又は $-CH_2-CH_2-CH_2-$ 基であり、 n は 4～10 の整数である。

10

【0023】

本発明に係る合わせガラスは、少なくとも 2 枚の透明ガラス板の間に、本発明に従って構成された合わせガラス用中間膜が接着されていることを特徴とする。

(発明の効果)

【0024】

本発明に係る合わせガラスは、ポリビニルアセタール樹脂 100 重量部と、可塑剤 40～75 重量部とを含み、可塑剤の 4～40 重量%が、炭素数 16～20 の不飽和脂肪酸アルキルエステルであるため、合わせガラスを構成するときに、オートクレーブ処理を必ずしも行う必要がない。オートクレーブ処理ではない方法、すなわち、減圧したゴムバック中で中間膜とガラスとを重ねて加熱する減圧加熱処理によって、中間膜とガラスとを容易に接着させることができ、かつ中間膜とガラスとの接着界面に気泡などの残留のない透明な合わせガラスを得ることができる。よって、高温・高圧下で中間膜とガラスとを圧着する必要がないので、大型で高価な設備が不要となり、また製造コストも安くなる。

20

【0025】

不飽和脂肪酸アルキルエステルがリシノール酸アルキルエステルである場合には、より一層穏やかな条件で中間膜とガラスとを接着させることができ、かつ得られる合わせガラスの透明性も高められる。

【0026】

不飽和脂肪酸アルキルエステルがオレイン酸アルキルエステルである場合には、中間膜と合わせガラスとの接着をより一層穏やかな条件で行うことができ、かつ透明性により一層優れた合わせガラスを構成することができる。

30

【0027】

可塑剤の 60～96 重量%が、上述した式(1)で表されるジエステル化合物である場合には、上記不飽和脂肪酸アルキルエステルのブリードアウトが生じ難くなる。また、中間膜とガラスとの接着をより一層穏やかな条件で行うことができ、かつ透明性により一層優れた合わせガラスを得ることができる。

【0028】

本発明に係る合わせガラスでは、少なくとも 2 枚の透明ガラス板の間に、本発明に従って構成された合わせガラス用中間膜が接着されているので、ガラスと中間膜とが強固に接着しており、かつ透明性に優れている。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0029】

以下、本発明の詳細を説明する。

【0030】

本発明に係る合わせガラス用中間膜は、ポリビニルアセタール樹脂と可塑剤とを含む。

【0031】

上記ポリビニルアセタール樹脂は、ポリビニルアルコール樹脂(PVA)をアルデヒドでアセタール化して得られる樹脂である。

【0032】

ポリビニルアセタール樹脂の製造方法としては、特に限定されない。例えば、ポリビニ

50

ルアルコール樹脂を温水もしくは熱水に溶解し、得られた水溶液を0～95℃程度の所定の温度に保持した状態で、アルデヒド及び酸触媒を添加し、攪拌しながらアセタール化反応を進行させる。次いで、反応温度を上げて熟成することにより反応を完結させる。その後、中和、水洗及び乾燥の諸工程を行う。このようにして、粉末状のポリビニルアセタール樹脂を得ることができる。

【0033】

ポリビニルアセタール樹脂の製造に用いられる上記ポリビニルアルコール樹脂としては、特に限定されないが、平均重合度が500～5000のものが好ましく、より好ましくは1000～3000である。平均重合度が500未満であると、中間膜の強度が弱くなりすぎて、合わせガラスとしたときに耐貫通性や衝撃エネルギー吸収性に劣ることがある。平均重合度が5000を超えると、中間膜の製膜が困難なことがある。さらに得られる中間膜の強度が強くなりすぎて、合わせガラスとしたときに耐貫通性や衝撃エネルギー吸収性に劣ることがある。

10

【0034】

なお、ポリビニルアルコール樹脂の平均重合度は、例えば、JIS K 6726「ポリビニルアルコール試験方法」に基づいて測定することができる。

【0035】

ポリビニルアセタール樹脂の製造に用いられる上記アルデヒドとしては、特に限定されず、例えば、炭素数が1～10のアルデヒド等が挙げられる。より具体的には、例えば、*n*-ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒド、*n*-バレルアルデヒド、2-エチルブチルアルデヒド、*n*-ヘキシルアルデヒド、*n*-オクチルアルデヒド、*n*-ノニルアルデヒド、*n*-デシルアルデヒド、ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、ベンズアルデヒド等が挙げられる。これらのアルデヒドは、単独で用いられてもよく、2種類以上が併用されてもよい。なかでも、*n*-ブチルアルデヒド、*n*-ヘキシルアルデヒド、*n*-バレルアルデヒド等が好ましく、より好ましくは、炭素数が4のブチルアルデヒドである。

20

【0036】

上記ポリビニルアセタール樹脂としては、特に限定されないが、ポリビニルアルコール樹脂とホルムアルデヒドとを反応させて得られるポリビニルホルマール樹脂、ポリビニルアルコール樹脂とアセトアルデヒドとを反応させて得られる狭義のポリビニルアセタール樹脂、ポリビニルアルコール樹脂と*n*-ブチルアルデヒドとを反応させて得られるポリビニルブチラール樹脂等が挙げられる。これらのポリビニルアセタール樹脂は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。

30

【0037】

上記ポリビニルアセタール樹脂としては、ポリビニルブチラール樹脂(PVB)が好適に用いられる。ポリビニルブチラール樹脂を用いることにより、中間膜の透明性、耐候性、ガラスに対する接着性等がより一層優れたものとなる。

【0038】

上記ポリビニルアセタール樹脂のアセタール化度は、60～85モル%であることが好ましく、63～70モル%であることがより好ましい。アセタール化度が60モル%未満であると、可塑剤とポリビニルアセタール樹脂との相溶性が低いことがあり、かつ中間膜のガラス転移温度が十分に低下しないことがある。従って低温領域における遮音性能が十分でないことがある。アセタール化度が85モル%を超えると、ポリビニルアセタール樹脂を製造するために必要な反応時間が長くなるため、製造効率が低下することがある。

40

【0039】

上記ポリビニルアセタール樹脂のアセチル基量は、0.5～30モル%であることが好ましい。また、0.5～25モル%であることがより好ましく、0.5～20モル%であることがさらに好ましい。

【0040】

上記アセチル基量が0.5モル%未満であると、後述する可塑剤とポリビニルアセタール樹脂との相溶性が低下することがある。また、ポリビニルアセタール樹脂のガラス転移

50

温度が十分に低下しないことがある。従って低温領域における遮音性能が十分に向上しないことがある。アセチル基量が30モル%を超えるポリビニルアセタール樹脂を製造しようとすると、例えばポリビニルアルコール樹脂とアルデヒドとの反応性が著しく低下することがある。

【0041】

上記ポリビニルアセタール樹脂では、上記アセタール化度と上記アセチル基量との合計が65モル%以上であることが好ましく、68モル%以上であることがより好ましい。アセタール化度とアセチル基量との合計が65モル%未満であると、後述する可塑剤との相溶性が低下することがある。ポリビニルアセタール樹脂のガラス転移温度が十分に低下しないことがある。従って低温領域における遮音性能が十分に向上しないことがある。

10

【0042】

また、ポリビニルアセタール樹脂のアセタール化度は、JIS K 6728「ポリビニルブチラール試験方法」や核磁気共鳴法に準拠してアセチル基量とビニルアルコール量とを測定した結果からモル重量%を算出し、ついで、100モル重量%から上記両成分量を差し引くことにより算出することができる。

【0043】

なお、ポリビニルアセタール樹脂がポリビニルブチラール樹脂である場合は、上記アセタール化度（ブチラール化度）およびアセチル基量は、JIS K 6728「ポリビニルブチラール試験方法」、赤外線吸収スペクトル（IR）や核磁気共鳴法（NMR）により測定した結果から算出することができる。

20

【0044】

本発明に係る合わせガラス用中間膜は、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して、可塑剤40～75重量部を含む。

【0045】

本発明は、可塑剤の4～40重量%、好ましくは6～37重量%が、炭素数16～20の不飽和脂肪酸アルキルエステルである。すなわち、本発明に係る合わせガラス用中間膜では、可塑剤として、炭素数16～20の不飽和脂肪酸アルキルエステルと他の可塑剤とを組み合わせ用いる。

【0046】

ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して、上記可塑剤が40重量部未満であると、合わせガラスを作製するときに、中間膜とガラスとの接着性を高めるために高温・高圧下で中間膜とガラスとを圧着する必要がある、70重量部を超えるとブリードアウトが生じ易くなる。炭素数16～20の不飽和脂肪酸アルキルエステルが、可塑剤の4重量%未満であると、合わせガラスを作製するときに、中間膜とガラスとの接着性を高めるために高温・高圧下で中間膜とガラスとを圧着する必要がある。

30

【0047】

上記炭素数16～20の不飽和脂肪酸アルキルエステルとしては、リシノール酸アルキルエステルであるリシノール酸メチル、リシノール酸エチル、リシノール酸ブチル；リシノレイン酸アルキルエステル；オレイン酸アルキルエステル等が挙げられる。なかでも、リシノール酸アルキルエステル、オレイン酸アルキルエステルが好ましく、リシノール酸アルキルエステルがさらに好ましい。リシノール酸アルキルエステル、もしくはオレイン酸アルキルエステルを上記割合で含有する中間膜では、中間膜と合わせガラスとの接着をより一層穏やかな条件で行うことができ、かつ透明性により一層優れた合わせガラスを構成することができる。

40

【0048】

本発明では、他の可塑剤の一つとして上述した式（1）で表されるジエステル化合物を含有することが好ましい。

本発明では、可塑剤の60～96重量%、好ましくは63～94重量%が上述した式（1）で表されるジエステル化合物であることがより好ましい。式（1）で表されるジエステル化合物を含有すると、上記炭素数16～20の不飽和脂肪酸アルキルエステルのブリー

50

ドアウトが生じ難くなる。また、中間膜とガラスとの接着をより一層穏やかな条件で行うことができ、かつ透明性により一層優れた合わせガラスを得ることができる。

【0049】

なお、上述した式(1)中、 R_1 及び R_2 は炭素数5～10の有機基であり、 R_3 は $-CH_2-CH_2-$ 基、 $-CH_2-CH(CH_3)-$ 基又は $-CH_2-CH_2-CH_2-$ 基であり、 n は4～10の整数である。

【0050】

可塑剤として用いられる上記式(1)で表されるジエステル化合物としては、特に限定されないが、例えばテトラエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート、ペンタエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート、オクタエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート、ノナエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート、デカエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート、テトラエチレングリコールジ- n -ヘプタノエート、テトラエチレングリコールジ- n -オクタノエート等が挙げられる。

【0051】

上述した可塑剤以外の他の可塑剤(X)としては特に限定されず、ポリビニルアセタール樹脂の可塑剤として一般的に用いられている公知の可塑剤が挙げられ、特に限定されないが、例えば、一塩基性有機酸エステル、多塩基性有機酸エステル等の有機系可塑剤、有機リン酸系、有機亜リン酸系等のリン酸系可塑剤等が好適に用いられる。これらの可塑剤(X)は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。ポリビニルアセタール樹脂の種類に応じて相溶性等を考慮して使い分けられる。

【0052】

上記一塩基性有機酸エステルとしては特に限定されず、例えば、トリエチレングリコール、トリプロピレングリコール等のグリコールと、酪酸、イソ酪酸、カプロン酸、2-エチル酪酸、ヘプタン酸、ヘプチル酸、 n -オクチル酸、2-エチルヘキシル酸、ペラルゴン酸(n -ノニル酸)又はデシル酸等の一塩基性有機酸との反応によって得られるグリコール系エステル等が挙げられる。なかでも、トリエチレングリコールジカプロン酸エステル、トリエチレングリコールジ-2-エチル酪酸エステル、トリエチレングリコールジ- n -オクチル酸エステル、トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキシル酸エステル等のトリエチレングリコールの一塩基性有機酸エステルが好適に用いられる。

【0053】

上記多塩基性有機酸エステルとしては特に限定されず、例えば、アジピン酸、セバシン酸又はアゼライン酸等の多塩基性有機酸と、炭素数4～8の直鎖状又は分枝状アルコールとの反応によって得られるエステル等が挙げられ、なかでも、ジブチルセバシン酸エステル、ジオクチルアゼライン酸エステル、ジブチルカルビトールアジピン酸エステル等が好適に用いられる。

【0054】

上記有機リン酸系可塑剤としては特に限定されず、例えば、トリエチレングリコールジエチルブチラート、トリエチレングリコールジエチルヘキソエート、トリエチレングリコールジブチルセバケート、トリブトキシエチルホスフェート、イソデシルフェニルホスフェート、トリイソプロピルホスフェート等が挙げられる。なかでも、トリエチレングリコールジエチルブチラート、トリエチレングリコールジエチルヘキソエート、トリエチレングリコールジブチルセバケート等が好ましい。

【0055】

本発明では、必須成分であるポリビニルアセタール樹脂および可塑剤以外に、本発明の課題達成を阻害しない範囲で必要に応じて、例えば、接着性付与剤、カップリング剤、界面活性剤、酸化防止剤、熱安定剤、光安定剤、紫外線吸収剤、着色剤、脱水剤、消泡剤、帯電防止剤、難燃剤等の各種添加剤の1種類もしくは2種類以上が添加されてもよい。

【0056】

本発明に係る合わせガラス用中間膜は、必須成分であるポリビニルアセタール樹脂および可塑剤と必要に応じて添加される各種添加剤とを含むポリビニルアセタール樹脂組成物

10

20

30

40

50

を常法により製膜することにより得られる。

【0057】

合わせガラス用中間膜では、110℃における溶融粘度が10000 Pa・s以上であり、かつ、140℃における溶融粘度が100000 Pa・s以下であることが好ましい。110℃における溶融粘度が10000 Pa・s以上であり、かつ140℃における溶融粘度が100000 Pa・s以下である中間膜は、より優れた接着性能を発現する。

【0058】

合わせガラス用中間膜の110℃における溶融粘度が10000 Pa・s未満であると、合わせガラスに加工する際に、ガラス板のずれや発泡が生じて取扱性に劣ることがある。中間膜の強度が弱くなりすぎて、合わせガラスとしたときに耐貫通性に劣ることがある。また、合わせガラス用中間膜の140℃における溶融粘度が100000 Pa・sを超えると、安定した成形（製膜）を行うことが困難となることがある。また、合わせガラス用中間膜の強度が強くなりすぎて、合わせガラスとしたときに耐貫通性に劣ることがある。

【0059】

合わせガラス用中間膜の厚みは、特に限定されないが、0.3～2.4 mmであることが好ましい。より好ましくは0.3～1.6 mmである。遮音性能は中間膜の厚みが厚いほど優れたものとなるが、中間膜の厚みが厚くなりすぎると合わせガラスとしたときに耐貫通性や望ましい合わせガラスの厚みより厚くなり過ぎることがある。したがって、上記範囲の厚みであることが好ましい。

【0060】

本発明の合わせガラスは、少なくとも2枚の透明ガラス板の間に上述した本発明の中間膜を介在させ、一体化させることにより作製される。

【0061】

上記透明ガラス板には、通常は無機透明ガラス板のみならず、例えばポリカーボネート板やポリメチルメタクリレート板などのような有機透明ガラス板も包含される。

【0062】

上記ガラス板の種類としては、特に限定されないが、例えばフロート板ガラス、磨き板ガラス、平板ガラス、曲板ガラス、並板ガラス、型板ガラス、金網入り型板ガラス、着色されたガラス板などの各種無機ガラス板や有機ガラス板等が挙げられる。これらのガラス1種類のみが用いられてもよく、2種類以上が併用されてもよい。また、上記ガラス板の厚みは、用途や目的によって適宜選択されればよく、特に限定されない。

【0063】

合わせガラスの製造方法は、通常以下のようにして行われる。

【0064】

例えば、2枚の透明ガラス板の間に、本発明に係る合わせガラス用中間膜を挟んでサンドイッチ体を得、該サンドイッチ体をゴムバッグに入れて減圧下で吸引脱気しながら温度70～110℃程度でガラスと予備接着させる。ついで、オートクレーブを用いて、温度140～150℃程度、圧力0.98～1.47 MPa程度の条件で、例えば20分間加熱加圧するオートクレーブ処理により中間膜をガラスと接着させる。このようにして、合わせガラスを得ることができる。

【0065】

他方、本発明に係る合わせガラス用中間膜では、上記特定の可塑剤が特定の割合で含有されているため、従来の合わせガラスの製造時に行われていた上記オートクレーブ処理を必ずしも行う必要がない。ノンオートクレーブ処理によっても、中間膜とガラスと接着させることができ、かつ中間膜とガラスとの接着界面に気泡などの残留のない透明な合わせガラスを得ることができる。もっとも、本発明に係る合わせガラス用中間膜を用いれば、上記オートクレーブ処理によって、合わせガラスを作製してもよい。

【0066】

上記オートクレーブ処理では、高温・高圧下で、中間膜とガラスとを圧着する過酷な処

10

20

30

40

50

理をする必要があった。このような処理を行うためには、大型で高価な設備が必要であり、また製造コストが高くならざるを得なかった。他方、本発明に係る合わせガラス用中間膜では、高温・高圧下で中間膜とガラスとを圧着する必要がない。

【0067】

本発明に係る合わせガラス用中間膜を用いて合わせガラスを製造する場合には、例えば、中間膜とガラスとを積層してゴムパックに入れて吸引脱気しながら0.016~0.020MPa程度の減圧下で温度70~110℃程度でガラスと予備接着させる。ついで、0.016~0.020MPaの減圧下、温度120~140℃で、15~60分間静置する。このようにして合わせガラスを得ることができる。すなわち、高温・高圧下で中間膜とガラスとを圧着する必要がないので、大型で高価な設備が不要となり、製造コストも

10

【0068】

以下、本発明の具体的な実施例及び比較例を説明することにより本発明を明らかにする。なお、本発明は、以下の実施例に限定されるものではない。

【0069】

(ポリビニルブチラール樹脂Aの合成)

攪拌装置を備えた反応器に、イオン交換水2700ml、平均重合度2400、鹸化度87モル%のポリビニルアルコール樹脂250gを投入し、攪拌しながら加熱溶解した。次に、この溶液に触媒として濃度35重量%の塩酸水溶液を0.2重量%添加し、20℃に温度調節した後、攪拌しながらアルデヒドとしてn-ブチルアルデヒド10gを添加した。その後、n-ブチルアルデヒド115gを添加したところ、白色微粒子状のポリビニルブチラール樹脂が析出した。析出10分後に濃度35重量%の塩酸水溶液を1.8重量%添加し、昇温速度20℃/時間で60℃まで加熱した後、冷却を行った。その後、中和、水洗、乾燥を行って、ブチラール化度(アセタール化度)が65.1モル%であり、アセチル基量が12.3モル%で平均重合度が3200のポリビニルブチラール樹脂Aを合成した。

20

【0070】

(ポリビニルブチラール樹脂Bの合成)

イオン交換水2890gに、平均重合度1700、鹸化度98.9モル%のポリビニルアルコール275gを加えて加温溶解させた。この溶液を12℃に調節した後、35重量%の塩酸201gとn-ブチルアルデヒド148gを加え、溶液温度を12℃に保って反応生成物を析出させた。その後、45℃に3時間保って反応を完了させた。過剰の水で反応生成物を水で洗浄し、水酸化ナトリウム水溶液中で中和し、さらに過剰の水で2時間洗浄し、反応生成物を乾燥させて、ポリビニルブチラール樹脂の白色粉末を得た。得られたポリビニルブチラール樹脂の平均重合度は1700、ブチラール化度は65モル%、残存アセチル基量は1モル%であった。

30

【0071】

(炭素数16~20の不飽和脂肪酸アルキルエステル)

リシノール酸メチル

(ジエステル化合物)

テトラエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート

(実施例1)

上記ポリビニルブチラール樹脂A100重量部に、可塑剤として上記リシノール酸メチル10重量部と、テトラエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート40重量部とを添加し、ミキシングロールで均一に熔融混練した後、プレス成形機を用いて、150℃で30分間プレス成形を行った後、エンボスロールを通過させた。厚み0.7mmで表面に刻線状のエンボス模様(以下、「エンボス刻線」という)を持つ合わせガラス用中間膜を作製した。

40

【0072】

(実施例2~6、及び比較例1~5)

50

実施例 2～5、比較例 1 及び比較例 3～5 では、可塑剤の種類及びその配合割合を下記表 1 に示すように変更したこと以外は実施例 1 と同様にして合わせガラス用中間膜を作製した。

【0073】

(実施例 7～13 及び比較例 6～11)

実施例 7～13 及び比較例 6～11 では、ポリビニルブチラル樹脂として、前述したポリビニルブチラル樹脂 B を 100 重量部用い、下記の表 2 に示すように可塑剤としてリシノール酸メチル、及びテトラエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(4GO)を下記の表 2 に示すように配合したこと以外は、実施例 1 と同様にして合わせガラス用中間膜を作製した。

10

【0074】

なお、比較例 2 では、可塑剤の種類及びその配合割合を下記表 1 に示すように変更したこと以外は実施例 1 と同様にして合わせガラス用中間膜を作製しようと試みたが、押出不可能であり、合わせガラス用中間膜を作製できなかった。

【0075】

(評価)

(1) 表面のベタツキ

得られた合わせガラス用中間膜の表面を手で触れることにより、表面のベタツキの有無を評価した。結果を下記表 1、2 に示す。

【0076】

20

なお、表面にベタツキがあると、例えば合わせガラス用中間膜をロールにした際に、ブロッキングが生じ易い。耐ブロッキング性を高めるためには、表面のベタツキがない方が好ましい。

【0077】

比較例 3 の合わせガラス用中間膜では、ベタツキ感を評価できないほど可塑剤が表面にブリードアウトしていた。

【0078】

(2) 気泡の残留の有無、及びエンボス刻線の痕跡の有無

実施例及び比較例で得られた合わせガラス用中間膜を 2 枚の透明な湾曲ガラス板(長さ 30cm、幅 30cm)の間に挟持しサンドイッチ体を得た。このサンドイッチ体を、ゴムパックに入れて吸引脱気しながら 0.016MPa～0.020MPa 程度の減圧下で温度 90℃程度でガラスと予備接着させた。次に、サンドイッチ体を、0.016MPa～0.020MPa の減圧下、温度 100℃で 20 分間静置し、合わせガラスを作製した。なお、各実施例及び比較例について、それぞれ 3 枚の合わせガラスを作製した。

30

【0079】

得られた 3 枚の合わせガラスについて、中間膜とガラスとの接着界面における気泡の残留の有無、及びエンボス刻線の痕跡の有無をそれぞれ下記評価基準で評価した。

【0080】

〔気泡の残留の有無、及びエンボス刻線の痕跡の有無の評価基準〕

◎：20 倍のルーペで観察した時、3 枚の合わせガラスのいずれにも気泡の残留がなく透明であった。

40

◎：20 倍のルーペで観察した時、3 枚の合わせガラスのいずれにもエンボス刻線の痕跡がなく透明であった。

○：目視で観察した時、3 枚の合わせガラスのいずれにも気泡の残留がなく透明であった。

○：目視で観察した時、3 枚の合わせガラスのいずれにもエンボス刻線の痕跡がなく透明であった。

【0081】

△：目視で観察した時、3 枚の合わせガラスのうちいずれかのガラスにわずかに気泡の残留が認められた。

50

△：目視で観察した時、3枚の合わせガラスのうちいずれかのガラスにわずかにエンボス刻線の痕跡が認められた。

【0082】

×：目視で観察した時、3枚の合わせガラスのうち1枚以上に明確な気泡の残留が認められた。

×：目視で観察した時、3枚の合わせガラスのうちいずれかのガラスにエンボス刻線の明瞭な痕跡が認められた。

【0083】

結果を下記表1，2に示す。

【0084】

【表 1】

		実施例						比較例				
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5
配合割合	ポリビニルアクリル樹脂	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	リンゴ酸メチル	10	10	10	10	8	18	-	20	10	1	20
	テトラエチレングリコールジ-2-エチルヘキサエート	40	50	55	65	55	55	55	-	80	35	15
	気泡の残留の有無	○	○	○	○	○	○	×	-	△	○	○
評価	インボス刻線の痕跡	○	○	○	○	○	○	×	-	○	△	△
	表面のべたつき	無	無	無	無	無	無	無	-	-	無	有
	備考	-	-	-	-	-	-	-	押出不可能	可塑剤 アクリド・アト	-	-

【表 2】

		実施例							比較例						
		7	8	9	10	11	12	13	6	7	8	9	10	11	
配合割合	重量部	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
	重量部	10	15	10	10	10	5	8	-	10	1	35	40	25	
	重量部	40	50	55	65	35	40	55	55	80	35	15	-	40	
評価	気泡の残留の有無	◎	◎	◎	○	○	○	◎	×	△	○	○	×	○	
	インボス刻線の痕跡	◎	◎	◎	○	○	○	○	×	○	△	△	×	△	
	表面のベタつき	無	無	無	無	無	無	無	無	-	無	有	有	有	
	備考	-	-	-	-	-	-	-	-	可塑性 ブリードアウト	-	-	-	-	

*4G0は、テトラヒダフルフル-2-エチルヘキソレートである。

10

20

30

40

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平10-338521 (JP, A)
特開2000-281934 (JP, A)
特開2005-281074 (JP, A)
国際公開第01/042158 (WO, A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C03C 27/12
B32B 17/10