



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 359 954**

51 Int. Cl.:
B32B 17/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08796818 .6**

96 Fecha de presentación : **30.07.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **2173551**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **14.04.2010**

54 Título: **Intercapas que contienen agentes de óxidos de wolframio estabilizados.**

30 Prioridad: **03.08.2007 US 833480**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
30.05.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
30.05.2011

73 Titular/es: **SOLUTIA INCORPORATED**
575 Maryville Centre Drive
St. Louis, Missouri 63141, US

72 Inventor/es: **Fisher, William Keith**

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 359 954 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Intercapas que contienen agentes de óxidos de wolframio estabilizados

CAMPO DEL INVENTO

5 El presente invento se encuentra en el campo de las intercapas de paneles de acristalamiento de capas múltiples, y, más específicamente, el presente invento se encuentra en el campo de las intercapas de paneles de acristalamiento de capas múltiples, que comprenden una capa polimérica que a su vez comprende un poli(vinil butiral), un agente de óxido de wolframio, una molécula que tiene un grupo de benzotriazol y el bis(2-etil-butirato) de magnesio.

ANTECEDENTES

10 Un poli(vinil butiral) (PVB) se usa corrientemente en la fabricación de capas poliméricas que se pueden usar como intercapas en estratificados que transmiten la luz, tales como los vidrios de seguridad o estratificados poliméricos. El concepto de vidrio de seguridad se refiere con frecuencia a un estratificado transparente que comprende una intercapa plastificada de poli(vinil butiral) dispuesta entre dos láminas de vidrio. Un vidrio de seguridad se usa con frecuencia para proporcionar una barrera transparente en aberturas arquitectónicas y de automóviles. Su función principal es la de absorber energía, tal como la causada por una sopladura procedente de un objeto, sin permitir una penetración a través de la abertura ni un dispersamiento de fragmentos de vidrio, reduciendo al mínimo de esta manera un daño o una lesión para los objetos o las personas que se encuentran dentro de una zona cerrada. Un vidrio de seguridad se puede usar también para proporcionar otros efectos beneficiosos, tales como el de atenuar el ruido acústico, reducir la transmisión de la luz de UV (ultravioletas) y/o de IR (infrarrojos) y/o mejorar y acrecentar el aspecto y la atracción estética de las aberturas de ventanas.

15 20 Las intercapas comprenden con frecuencia, además de su componente polimérico, diversos agentes que funcionan para alterar el espectro de radiación que se transmite a través del producto de acristalamiento terminado. Estos agentes, sin embargo, con frecuencia son inestables o causan unos efectos indeseables en un estratificado terminado.

25 Lo que se necesita en la especialidad son unas intercapas que se formulen de una manera tal que unos agentes deseables sean mantenidos establemente sin tropezar con otras características de la intercapa polimérica.

SUMARIO DEL INVENTO

30 El presente invento incluye unas intercapas poliméricas que se usan en paneles de acristalamiento de capas múltiples. Las intercapas del presente invento comprenden una capa polimérica, la cual a su vez comprende un poli(vinil butiral), un agente de óxido de wolframio, una molécula que tiene un grupo de benzotriazol y el bis(2-etil-butirato) de magnesio, en donde el agente estabilizador del tipo de benzotriazol impide la degradación del agente de óxido de wolframio. Las intercapas que incorporan tales componentes tienen un carácter mejorado de bloqueo de la luz de ultravioletas y también mantienen su calidad óptica a lo largo del tiempo.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

35 El presente invento se refiere al uso estabilizado de un agente de óxido de wolframio en una capa polimérica de acuerdo con la reivindicación 1, que se puede usar o bien aisladamente o en apilamientos de múltiples capas poliméricas, como intercapas de acristalamiento de capas múltiples.

40 Como se usa en el presente contexto, una "intercapa de acristalamiento de capas múltiples" significa una intercapa que se puede usar en un acristalamiento que tiene más de una capa, por ejemplo dos lunas de vidrio con una intercapa situada entre ellas. Las intercapas pueden consistir en una única capa polimérica o en múltiples capas combinadas. Los paneles de acristalamiento se pueden usar, por ejemplo, en lunas de parabrisas de automóviles y en aplicaciones arquitectónicas.

45 Tal como se describe en el presente contexto, un agente de óxido de wolframio y un agente estabilizador del tipo de benzotriazol se incorporan en unas capas poliméricas que son útiles como intercapas - o como capas situadas dentro de intercapas - destinadas a usarse en aplicaciones de paneles de acristalamiento de capas múltiples. Como se describirá con detalle seguidamente, las capas poliméricas del presente invento comprenden un poli(vinil butiral).

Las capas poliméricas del presente invento incorporan un agente de óxido de wolframio como agente absorbente de rayos infrarrojos. Un agente de óxido de wolframio puede ser dispersado en o sobre una cualquiera o varias capas poliméricas de una intercapa. Un agente de óxido de wolframio puede ser mezclado directamente dentro de, o dispuesto directamente sobre, una capa polimérica por cualquier método apropiado que sea conocido en la

especialidad, por ejemplo, pero sin limitarse a, una adición durante la producción de una capa individual o una inmersión, una atomización, u otro tratamiento tópico después de la producción.

5 En diversas formas de realización, el agente de óxido de wolframio es incorporado directamente en la masa a granel de un polímero antes de la formación de una capa polimérica. En estas formas de realización, un agente de óxido de wolframio se puede incorporar en el polímero para proporcionar una capa polimérica que tiene una proporción en porcentaje en peso del agente de óxido de wolframio de menos que 1,0%, 0,8%, 0,6%, 0,4%, o de 0,01% a 1,0%, de 0,05% a 0,5%, o de 0,1% a 0,3%. En una forma de realización preferida, un pigmento de agente de óxido de wolframio es incorporado en la masa a granel de una capa polimérica. En diversas formas de realización se incluye más de un tipo de agente absorbente de los rayos solares en una única o en múltiples capa(s) polimérica(s).

15 En general, un agente de óxido de wolframio será incorporado en y/o dispuesto sobre una capa polimérica en una cantidad suficiente para conseguir el deseado efecto de absorción de los rayos infrarrojos. Como será apreciado por los que poseen experiencia en la especialidad, esta proporción variará, dependiendo de los otros componentes y pigmentos. En diversas formas de realización, una única capa polimérica tendrá una cantidad del agente de óxido de wolframio suficiente para impedir la transmisión a través de la capa de por lo menos un 40%, 60%, 80%, 95%, o 99% de radiación de infrarrojos en el intervalo de 800 nanómetros hasta 2500 nanómetros, o de un 70% a 95% de la luz del infrarrojo cercano con este intervalo.

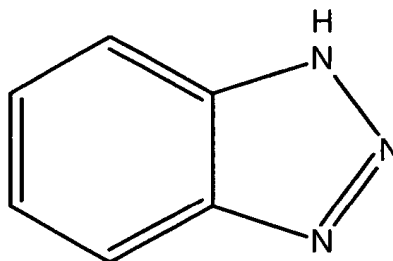
20 Con el fin de reducir al mínimo el dispersamiento de la luz visible (enturbiamiento) los agentes de óxidos de wolframio pueden tener un tamaño de menos que 150 nanómetros, de menos que 100 nanómetros o de menos que 50 nanómetros.

25 Además del agente de óxido de wolframio, las capas poliméricas del presente invento incorporan un agente estabilizador para impedir un desplazamiento del color azul dentro de la capa polimérica debido a los efectos de envejecimiento del agente de óxido de wolframio. En el presente invento, una molécula que tiene un grupo de benzotriazol y el bis(2-etil-butirato) de magnesio se incorporan dentro de la capa polimérica juntamente con el agente de óxido de wolframio.

30 Una molécula que tiene un grupo de benzotriazol se puede incorporar en cualquier cantidad apropiada y, en diversas formas de realización, una molécula que tiene un grupo de benzotriazol se incorpora en una cantidad de 0,05 a 1,0 phr o 0,2 a 0,8 phr. Una molécula que tiene un grupo de benzotriazol se puede incorporar de cualquier manera apropiada, por ejemplo por mezcla directa con una masa fundida polimérica. Unas moléculas que tienen un grupo de benzotriazol están disponibles comercialmente, por ejemplo, como Tinuvin 326® y Tinuvin 328® (de Ciba Specialty Chemicals, Basilea, Suiza).

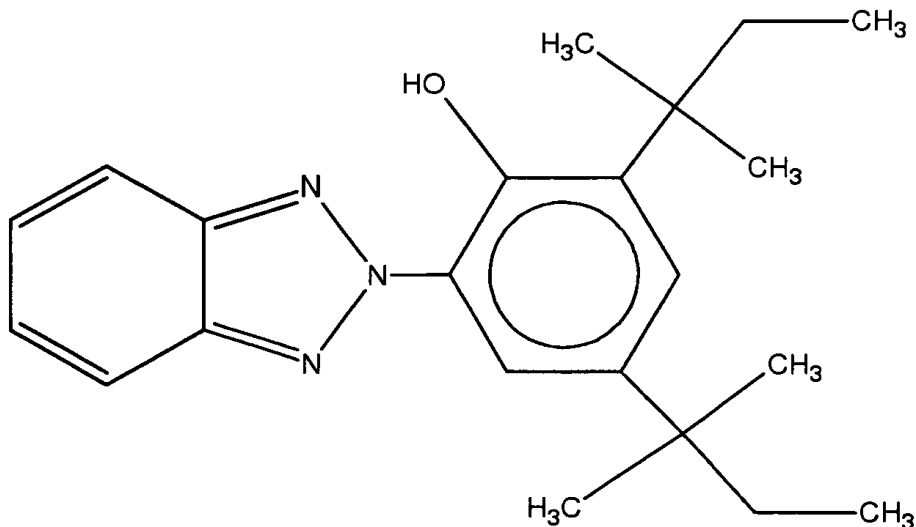
Como se usa en el presente contexto, una "molécula que tiene un grupo de benzotriazol" significa una molécula que tiene el siguiente grupo dentro de su estructura:

Fórmula I – benzotriazol:



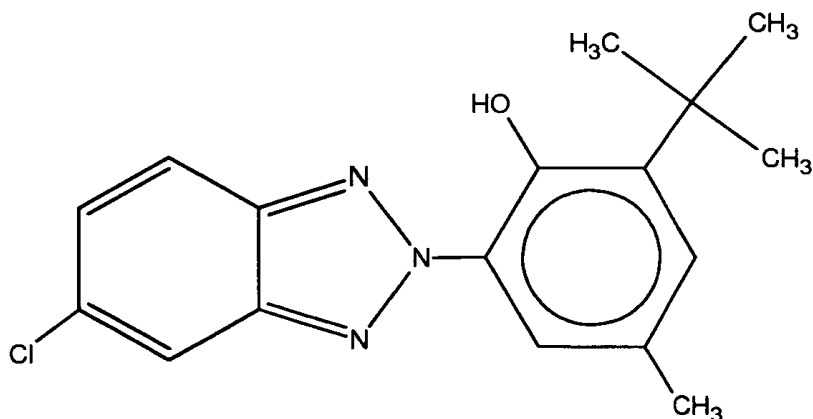
35 Ejemplos de moléculas que tienen un grupo de benzotriazol, que son útiles dentro del presente invento, incluyen, sin ninguna limitación:

Fórmula II, Tinuvin 328®:



y,

Fórmula III, Tinuvin 326®;



5

La sal de metal multivalente bis(2-etil-butirato) de magnesio se puede incorporar asimismo en cualquier proporción apropiada, y, en diversas formas de realización, se incorpora en unas proporciones de 0,009% a 0,1% o de 0,05% a 0,075%. La sal de metal multivalente se puede incorporar de cualquier manera apropiada, por ejemplo mediante
mezcladura directa con una masa fundida polimérica. Se pueden usar otras sales de magnesio, y, en diversas
10 formas de realización, se puede usar cualquiera apropiada sal de metal multivalente.

En diversas formas de realización del presente invento, un agente de óxido de wolframio es dispuesto dentro de una capa polimérica que se incorpora en una intercapa. En estas formas de realización, la intercapa puede comprender solamente la capa polimérica única o puede ser una intercapa de capas múltiples que comprende la capa polimérica. Unas formas de realización, en las que se usan intercapas de capas múltiples, incluyen las que son conocidas en la
especialidad, e incluyen, por ejemplo y sin ninguna limitación, unas intercapas que tienen dos o más capas
15 poliméricas estratificadas conjuntamente para formar una única intercapa, y unas intercapas que tienen una o más capas poliméricas estratificadas conjuntamente con una o más películas poliméricas, que se describirán seguidamente con detalle. En cualquiera de estas formas de realización, el agente de óxido de wolframio puede estar dispuesto en una cualquiera o varias de las capas poliméricas, y las diversas capas pueden ser iguales o
20 diferentes.

Unas construcciones ilustrativas de intercapas múltiples incluyen lo siguiente:

(capa polimérica)_n

(capa polimérica/película polimérica/capa polimérica)_p

5 en que **n** es de 1 a 10 y, en diversas formas de realización, es menor que 5, y **p** es de 1 a 5, y, en diversas formas de realización, es menor que 3.

Las intercapas del presente invento se pueden incorporar en paneles de acristalamiento de capas múltiples, y, en diversas formas de realización, se incorporan entre dos capas de vidrio.

Unas aplicaciones para dichas construcciones incluyen lunas de parabrisas de automóviles y vidrio arquitectónico, entre otras.

10 En diversas formas de realización del presente invento, unas intercapas que comprenden un agente de óxido de wolframio se usan en bicapas. Tal como se usa en el presente contexto, una bicapa es una construcción de capas múltiples que tiene un sustrato rígido, tal como de vidrio o polímero acrílico, con una intercapa dispuesta sobre él. Una típica construcción de bicapa es la de (vidrio)/(capa polimérica)/(película polimérica). Unas construcciones de bicapa incluyen, por ejemplo y sin ninguna limitación:

15 (vidrio)/((capa polimérica)_n/(película polimérica))_g
(vidrio)/(capa polimérica)_n/(película polimérica)

en que **h** es de 1 a 10, y, en diversas formas de realización es menor que 3, y **g** es de 1 a 5, y, en diversas formas de realización, es menor que 3.

20 En una forma de realización adicional, unas intercapas como se acaban de describir se pueden añadir a un lado de un panel de acristalamiento de capas múltiples para actuar como un escudo protector contra astillas, por ejemplo y sin ninguna limitación:

(panel de acristalamiento de capas múltiples)/(capa polimérica)_n/(película polimérica)_g
(panel de acristalamiento de capas múltiples)/(capa polimérica)_n/(película polimérica),

25 en que **h** es de 1 a 10, y, en diversas formas de realización, es menor que 3, y **g** es de 1 a 5, y, en diversas formas de realización, es menor que 3.

AGENTES DE ÓXIDOS DE WOLFRAMIO

Los agentes de óxidos de wolframio del presente invento incluyen los que se describen por la fórmula general W_xO_z, en donde **W** es wolframio y **O** es oxígeno, que satisfacen las condiciones 2,0 < z/y < 3,0, 2,2 ≤ z/y ≤ 2,99, o 2,45 ≤ z/y ≤ 2,99, y/o partículas de un óxido de wolframio compuesto, que es expresado por la fórmula general M_xW_yO_z en donde **M** es un elemento seleccionado entre H, He, metales alcalinos, metales alcalino-térreos, metales de las tierras raras, Mg, Zr, Cr, Mn, Fe, Ru, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Al, Ga, In, Tl, Si, Ge, Sn, Pb, Sb, B, F, P, S, Se, Br, Te, Ti, Nb, V, Mo, Ta, Re, **W** es wolframio y **O** es oxígeno, que satisface las condiciones 0,001 ≤ x/y ≤ 1,0 o 0,01 ≤ x/y ≤ 0,5, y 2,0 ≤ z/y ≤ 3,0, 2,2 ≤ z/y ≤ 2,99, o 2,45 ≤ z/y ≤ 2,99. Ejemplos de las relaciones entre wolframio y oxígeno incluyen, sin ninguna limitación, WO_{2,92}, WO_{2,90}, W₂₀O₅₈, W₂₄O₆₈, W₁₇O₄₇, W₁₈O₄₉, y similares. En unas formas de realización preferidas, el agente de óxido de wolframio es un óxido de cesio y wolframio (CsWO₃) que tiene una cualquiera de las características antes descritas, y, en diversas formas de realización, se usa un agente de óxido de cesio y wolframio que tiene la relación molar Cs_{0,33}WO₃.

PELÍCULA POLIMÉRICA

40 Tal como se usa en el presente contexto, una "película polimérica" significa una capa polimérica relativamente delgada y rígida que actúa como una capa acrecentadora del rendimiento. Las películas poliméricas difieren de las capas poliméricas que se usan aquí, en el hecho de que las películas poliméricas no proporcionan por sí mismas a una estructura de acristalamiento de capas múltiples, las necesarias propiedades de resistencia a la penetración y de retención del vidrio sino que más bien proporcionan mejoras en el rendimiento, tales como un carácter de absorción de infrarrojos. Un poli(tereftalato de etileno) se usa de la manera más corriente como una película polimérica.

45 En diversas formas de realización, la capa de película polimérica tiene un espesor de 0,013 mm a 0,20 mm, de manera preferible de 0,025 mm a 0,1 mm, o de 0,04 a 0,06 mm. La capa de película polimérica puede opcionalmente ser tratada superficialmente o revestida para mejorar una o más propiedades, tales como las de adhesión o reflexión de radiaciones de infrarrojos. Estas capas de prestaciones funcionales incluyen, por ejemplo un apilamiento de capas múltiples para reflejar una radiación solar de infrarrojos y transmitir la luz visible, cuando se expone a la luz del sol. Este apilamiento de capas múltiples es conocido en la especialidad (véanse, por ejemplo, el documento de solicitud de patente internacional WO 88/01230 y la patente de los EE.UU. 4.799.745) y puede comprender, por ejemplo, una o más capas metálicas con un espesor de algunos Angstroms y una o más (por ejemplo dos) capas dieléctricas ópticamente cooperantes, depositadas consecutivamente. Como se conoce también, 50 (véanse, por ejemplo, las patentes de los EE.UU. 4.017.661 y 4.786.783), las capas metálicas pueden opcionalmente ser calentadas por resistencia eléctrica para descongelar o desempañar cualesquiera capas de vidrio asociadas con ellas.

Un tipo adicional de película polimérica que se puede usar con el presente invento, y que se describe en la patente de los EE. UU. 6.797.396, comprende una multitud de capas no metálicas que actúan para reflejar una radiación de infrarrojos sin crear una interferencia que puede ser causada por capas metálicas.

5 La capa de película polimérica, en algunas formas de realización, es ópticamente transparente (es decir, unos objetos adyacentes a un lado de la capa pueden ser vistos cómodamente por el ojo de un observador particular que mire a través de la capa desde el otro lado), y usualmente tienen, independientemente de la composición, un módulo de tracción mayor, en algunas formas de realización significativamente mayor, que el de cualquier capa polimérica adyacente. En diversas formas de realización, la capa de película polimérica comprende un material termoplástico. Entre los materiales termoplásticos que tienen apropiadas propiedades, se encuentran nilones, poliuretanos, 10 polímeros acrílicos, policarbonatos, poliolefinas tales como un polipropileno, acetatos y triacetatos de celulosa, polímeros y copolímeros de cloruro de vinilo, y otros similares. En diversas formas de realización, la capa de película polimérica comprende unos materiales tales como películas termoplásticas reestiradas que tienen las propiedades señaladas, las cuales incluyen poliésteres, por ejemplo un poli(tereftalato de etileno) y un poli(tereftalato de etileno) glicol (PETG). En diversas formas de realización, se usa un poli(tereftalato de etileno), y, en otras diversas formas de 15 realización, el poli(tereftalato de etileno) ha sido estirado biaxialmente para proporcionar resistencia mecánica, y ha sido estabilizado térmicamente para proporcionar unas características de baja contracción cuando se le somete a unas temperaturas elevadas (p.ej. una contracción de menos que 2% en ambas direcciones después de 30 minutos a 150°C).

20 Diversas técnicas de revestimiento y de tratamiento superficial para una película de poli(tereftalato de etileno) que se pueden usar con el presente invento, se describen en la Solicitud de Patente Europea publicada nº 0157030. Las películas poliméricas del presente invento pueden incluir también un revestimiento duro y/o una capa contra el empañamiento, como se conocen en la especialidad.

CAPA POLIMÉRICA

25 La siguiente sección describe el poli(vinil butiral) usado para formar capas poliméricas del presente invento, que comprenden el agente de óxido de wolframio, que se describe en otro lugar del presente texto.

30 Como se usa en el presente contexto, una "capa polimérica" significa la composición de polímero de poli(vinil butiral) formada por cualquier método apropiado para dar una delgada capa que es apropiada a solas, o en apilamientos de más de una capa, para su uso como una intercapa que proporciona a paneles de acristalamiento estratificados unas adecuadas propiedades de resistencia a la penetración y de retención del vidrio. Un poli(vinil butiral) plastificado es usado de la manera más corriente para formar capas poliméricas.

35 Tal como se usa en el presente contexto, una "resina" se refiere al componente de poli(vinil butiral) que se retira a partir de la mezcla que resulta de la catálisis en condiciones ácidas y la subsiguiente neutralización de los compuestos precursores poliméricos. Una resina tendrá generalmente otros componentes, además del polímero, tales como acetatos, sales y alcoholes. Tal como se usa en el presente contexto, el concepto de "masa fundida" se refiere a una mezcla fundida de una resina con un agente plastificante y, opcionalmente, otros aditivos. Los componentes se pueden medir en partes por cien partes de resina, o "phr" (acrónimo de per hundred resin). Tal como se usa en el presente contexto, las partes por ciento de resina (phr) son unas partes, sobre una base de peso por peso. Por ejemplo, si se añaden 30 gramos de un plastificante a 100 gramos de una resina polimérica, entonces el contenido de plastificante del resultante polímero plastificado sería de 30 phr.

40 Las capas poliméricas del presente invento comprenden un poli(vinil butiral). En cualquiera de las formas de realización del presente invento, que aquí se presentan, que comprenden un poli(vinil butiral) como el componente polimérico de la capa polimérica, se incluye otra forma de realización en la que el componente polimérico consiste, o consiste esencialmente, en un poli(vinil butiral). En estas formas de realización, se puede usar cualquiera de las variaciones en los aditivos, incluyendo los agentes plastificantes, que aquí se describen, teniendo la capa polimérica 45 un polímero que consiste, o consiste esencialmente, en un poli(vinil butiral).

50 En otras formas de realización adicionales, la capa polimérica comprende un poli(vinil butiral) y uno o más otros polímeros. Se pueden usar también otros polímeros que tienen una apropiada temperatura de transición vítrea. En cualquiera de las secciones de la presente descripción, en las que se dan unos intervalos, valores y/o métodos preferidos específicamente para un poli(vinil butiral) (por ejemplo, y sin ninguna limitación, para agentes plastificantes, tantos por ciento de componentes, espesores y los aditivos mejoradores y acrecentadores de las características) estos intervalos se aplican también, si se da el caso, a los otros polímeros y a las otras mezclas preparadas de polímeros que aquí se describen como componentes útiles en capas poliméricas.

55 Para unas formas de realización que comprenden un poli(vinil butiral), el poli(vinil butiral) se puede producir por conocidos procedimientos de acetalización, tal como son conocidos para los expertos en la especialidad. (véanse, por ejemplo, las patentes de los EE.UU. 2.282.057 y 2.282.026). En una forma de realización, se puede usar el método que usa disolventes, que se describe en la sección de Polímeros de Acetales Vinílicos, en la Encyclopedia of Polymer Science & Technology, 3ª edición, volumen 8, páginas 381-399, de B.E. Wade (2003). En otra forma de

realización se puede usar el método acuoso que allí se describe. Un poli(vinil butiral) está disponible comercialmente en diversas formas, por ejemplo, de Solutia Inc., St. Louis, Missouri como resina Butvar®.

5 En diversas formas de realización, la resina para la capa polimérica, que comprende un poli(vinil butiral), comprende a su vez de 10 a 35 por ciento en peso (% en peso) de grupos hidroxilo, calculados como poli(alcohol vinílico), de 13 a 30% en peso de grupos hidroxilo calculados como poli(alcohol vinílico), o de 15 a 22% en peso de grupos hidroxilo calculados como poli(alcohol vinílico). La resina de la capa polimérica puede comprender también menos que 15% en peso de grupos de ésteres residuales, 13% en peso, 11% en peso, 9% en peso, 7% en peso, 5% en peso o menos de 3% en peso de grupos de ésteres residuales, calculados como poli(acetato de vinilo), siendo el resto un acetal, preferiblemente el acetal de butiraldehído, pero que incluye opcionalmente, en una cantidad menor, otros grupos de acetales, por ejemplo un grupo de 2-etil hexanal (véase, por ejemplo, la patente de los EE.UU. 10 5.137.954).

15 En diversas formas de realización, la capa polimérica comprende un poli(vinil butiral) que tiene un peso molecular de por lo menos 30.000, 40.000, 50.000, 55.000, 60.000, 65.000, 70.000, 120.000, 250.000, o por lo menos 350.000 gramos por mol (g/mol o Daltones). Se pueden añadir también pequeñas cantidades de un dialdehído o trialdehído durante la etapa de acetalización, para aumentar el peso molecular a por lo menos 350.000 g/mol (véanse, por ejemplo, las patentes de los EE.UU. 4.902.464; 4.874.814; 4.814.529; y, 4.654.179). Como se usa en el presente contexto, el término "peso molecular" significa el peso molecular medio ponderado.

Se usa el bis(2-etil butirato) de magnesio (número del Chemical Abstracts 79992-76-0) en la capa polimérica del presente invento como un agente de control de la adhesión.

20 Otros aditivos se pueden incorporar en la capa polimérica para mejorar y aumentar su rendimiento en un producto final. Dichos aditivos incluyen, pero no se limitan a, colorantes, tintes, pigmentos, estabilizadores (p.ej. estabilizadores de ultravioletas), agentes antioxidantes, agentes antiapelmazantes, absorbentes de rayos IR adicionales, agentes ignífugos (retardadores de la llama), combinaciones de los precedentes aditivos, y otros similares, como se conocen en la especialidad.

25 En diversas formas de realización de capas poliméricas del presente invento, las capas poliméricas pueden comprender de 20 a 60, de 25 a 60, de 20 a 80, de 10 a 70 o de 10 a 100 partes de plastificante phr. Desde luego, se pueden usar otras cantidades que sean apropiadas para la aplicación particular. En algunas formas de realización, el agente plastificante tiene un segmento de hidrocarburo de menos que 20, menos que 15, menos que 12 o menos que 10 átomos de carbono. La cantidad de agente plastificante puede ser ajustada para afectar a la temperatura de transición vítrea (T_g) de la capa de poli(vinil butiral). En general, se añaden cantidades más altas de 30 un agente plastificante para disminuir la T_g .

Se pueden añadir cualesquiera agentes plastificantes apropiados a las resinas poliméricas del presente invento con el fin de formar las capas poliméricas. Los agentes plastificantes usados en las capas poliméricas del presente invento pueden incluir ésteres de un ácido polivalente (polibásico) o de un alcohol polivalente (polihídrico), entre 35 otros. Unos apropiados agentes plastificantes incluyen, por ejemplo, di(2-etil-butilato) de tri(etilenglicol), di(2-etil-hexanoato) de tri(etilenglicol), diheptanoato de tri(etilenglicol), di(heptanoato de tetra(etilenglicol), adipato de dihexilo, adipato de dioctilo, adipato de hexilo y ciclohexilo, mezclas de adipatos de heptilo y de nonilo, adipato de diisononilo, adipato de heptilo y nonilo, sebacato de dibutilo, agentes plastificantes poliméricos tales como las resinas alquídicas sebácicas modificadas con aceites, mezclas de fosfatos y adipatos tal como se describen en la patente de los EE.UU. nº 3.841.890, adipatos tal como se describen en la patente de los EE.UU. nº 4.144.217, y mezclas y combinaciones de los precedentes. Otros agentes plastificantes, que se pueden usar, son unos adipatos mixtos 40 constituidos a base de alcoholes alquílicos de C_4 a C_9 y cicloalcoholes de C_4 a C_{10} , como se describen en la patente de los EE.UU. nº 5.013.779, y ésteres adipatos de C_6 a C_8 , tales como adipato de hexilo. En diversas formas de realización, el agente plastificante usado es adipato de dihexilo y/o di-(2-etil-hexanoato) de tri(etilenglicol).

45 El polímero de poli(vinil butiral), el agente plastificante y cualesquiera otros aditivos, se pueden tratar térmicamente y configurar a la forma de láminas de acuerdo con métodos conocidos para los que poseen una experiencia ordinaria en la especialidad. Un método ilustrativo de formar una capa de poli(vinil butiral) comprende extrudir un poli(vinil butiral) fundido que comprende una resina, un agente plastificante y otros aditivos, obligando a la mezcla a pasar a través de una hilera (por ejemplo, una hilera que tiene una abertura que es sustancialmente mayor en una de las dimensiones que en una dimensión perpendicular). Otro método ilustrativo de formar una capa de poli(vinil butiral) 50 comprende moldear por colada una masa fundida desde una hilera sobre un rodillo, solidificar la resina y subsiguientemente retirar la resina solidificada en forma de una lámina. En diversas formas de realización, las capas poliméricas pueden tener unos espesores de, por ejemplo, 0,1 a 2,5 milímetros, 0,2 a 2,0 milímetros, 0,25 a 1,75 milímetros, y 0,3 a 1,5 milímetros.

55 Para cada una de las formas de realización antes descritas, que comprenden una capa de vidrio, existe, si fuese apropiada, otra forma de realización, en la que en lugar de vidrio se usa un material de tipo para acristalamiento que no es de vidrio. Ejemplos de dichas capas de acristalamiento incluyen materiales plásticos rígidos que tienen una

alta temperatura de transición vítrea, por ejemplo, por encima de 60°C o 70°C, por ejemplo policarbonatos y poli(metacrilatos de alquilo) y específicamente los que tienen de 1 a 3 átomos de carbono en el radical alquilo.

Se incluyen en el presente invento también unos apilamientos o rollos de cualquiera de las capas poliméricas e intercapas del presente invento que aquí se describen, en cualquier combinación..

- 5 El presente invento incluye también lunas de parabrisas, ventanas y otros productos de acristalamiento acabados, que comprenden cualquiera de las intercapas del presente invento.

El presente invento incluye unos métodos de producir intercapas y paneles de acristalamiento, que comprenden formar una intercapa o un panel de acristalamiento del presente invento usando cualquiera de las capas poliméricas del presente invento, que aquí se describen.

- 10 Diversas características y técnicas de medición de capas poliméricas y/o de vidrios estratificados se describirán ahora para usarse con el presente invento.

15 La claridad de un vidrio estratificado que comprende una capa polimérica, se puede determinar midiendo el valor de turbiedad, que es una cuantificación de la luz dispersada de una muestra en contraste con la luz incidente. El tanto por ciento de enturbiamiento se puede medir de acuerdo con la siguiente técnica. Un aparato para medir la cantidad de turbiedad, el denominado Hazemeter, modelo D25, que está disponible de Hunter Associates (Reston, VA), se puede usar de acuerdo con la norma ASTM D1003-61 (vuelta a aprobar en 1977) procedimiento A, usando el Iluminante C en un ángulo del observador de 2 grados. En diversas formas de realización del presente invento, el tanto por ciento de turbiedad es menor que 5%, menor que 3% y menor que 1%.

20 La adhesión frente al golpeo con puño ("pummel") se puede medir de acuerdo con la siguiente técnica, y cuando se hace referencia al "golpeo con puño" ("pummel") para cuantificar la adhesión de una capa polimérica a un vidrio, se usa la siguiente técnica para determinar el valor de golpeo con puño. Unas muestras de estratificados de vidrio de dos capas se producen con unas condiciones clásicas de estratificación en autoclave. Los estratificados se enfrían a aproximadamente -17°C (0°F) y se golpean manualmente con un martillo para romper el vidrio. Todo el vidrio roto que no se ha adherido a la capa de poli(vinil butiral) se retira luego, y luego la cantidad de vidrio que se deja adherido a la capa de poli(vinil butiral) se compara visualmente con un conjunto o juego de patrones. Los patrones corresponden a una escala en la que unos grados variables de vidrio permanecen adheridos a la capa de poli(vinil butiral). En particular, en un patrón de golpeo con puño de cero no se deja nada de vidrio adherido a la capa de poli(vinil butiral). En un patrón de golpeo con puño de 10, un 100% del vidrio permanece adherido a la capa de poli(vinil butiral). Para paneles de vidrio estratificados del presente invento, diversas formas de realización reciben un valor de golpeo con puño de por lo menos 3, de por lo menos 5, de por lo menos 8, de por lo menos 9 o de 10. Otras formas de realización tienen un valor de golpeo con puño situado entre 8 y 10, inclusive.

35 El "índice de amarilleamiento" de una capa polimérica se puede medir de acuerdo con lo siguiente: Se forman unos discos moldeados transparentes de una capa polimérica con un espesor de 1 cm, que tiene unas superficies poliméricas lisas que son esencialmente planas y paralelas. El índice se mide de acuerdo con el método ASTM D 1925, "Standard Test Method for Yellowness Index of Plastics" [método de ensayo clásico para el índice de amarilleamiento de materiales plásticos] a partir de la transmitancia de luz espectrofotométrica en el espectro visible. Los valores son corregidos a un espesor de 1 cm usando un espesor medido de las muestras. En diversas formas de realización del presente invento, una capa polimérica puede tener un índice de amarilleamiento de 12 o menos, de 10 o menos, o de 8 o menos.

40 EJEMPLOS

Ejemplo 1

45 Se producen siete capas poliméricas que tienen un espesor de 0,76 milímetros (30 mils), 38 phr del agente plastificante bis(2-etil-hexanoato) de tri(etilenglicol), y las cantidades de CsWO₃, de Tinuvin 328®, de Tinuvin 622® (un agente estabilizador de la luz del tipo de amina impedida) y de bis(2-etil-butirato) de magnesio que se indican en la Tabla 1, y se estratifican entre dos láminas de vidrio transparente.

50 La Tabla 1 muestra el cambio en la transmitancia de la luz visible ($\Delta T_v = T_v \text{ final} - T_v \text{ inicial}$) después de una exposición a una radiación ultravioleta en un aparato medidor de factores atmosféricos (un denominado weatherometer) durante 500 horas. El aparato medidor de factores atmosféricos es el modelo Xenon Arc Atlas Ci65 (Atlas Material Testing Technology LLC, Chicago, Illinois) que funciona con los siguientes ajustes: irradiancia, 0,55 W/m²; temperatura de panel negro 70°C; atomización de agua, ninguna; filtros - interiores, de cuarzo; y filtros - exteriores, de un borosilicato (tipo S).

Tabla 1

CsWO ₃ % en peso	Tinuvin 328® % en peso	Tinuvin 622® % en peso	Bis(2-etil-butirato) de magnesio % en peso	Delta Tv (%) delta
0	0	1,16	0	-0,3
0,3	0	0	0	-42,8
0,3	0	0	0,037	-22,3
0,3	0	1,16	0,037	-21,3
0,3	0	2,3	0,037	-24,8
0,3	0,18	1,16	0,037	-6,0
0,3	0,36	1,16	0,037	-4,6

Ejemplo 2

- 5 Se forma una capa polimérica que tiene un espesor de 0,76 milímetros (30 mils), 38 phr del agente plastificante bis (2-etil-hexanoato) de tri(etilenglicol), 0,05% en peso de CsWO₃, 0,046 por ciento en peso de bis(2-etil-butirato) de magnesio y cantidades variables de Tinuvin 326® tal como se muestran en la Tabla 2, y se estratifica entre dos láminas de vidrio transparente. El valor de delta Tv se mide como en el Ejemplo 1.

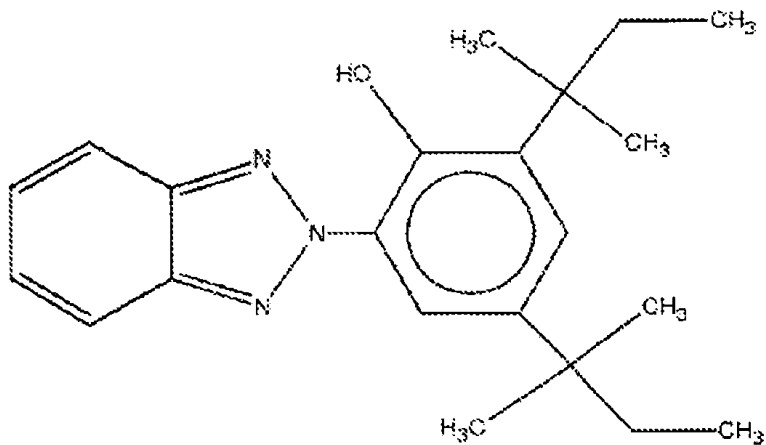
Tabla 2

% en peso de Tinuvin 326®	Delta Tv
0	-2,3
0,18	-0,1
0,36	-0,2
0,72	-0,1

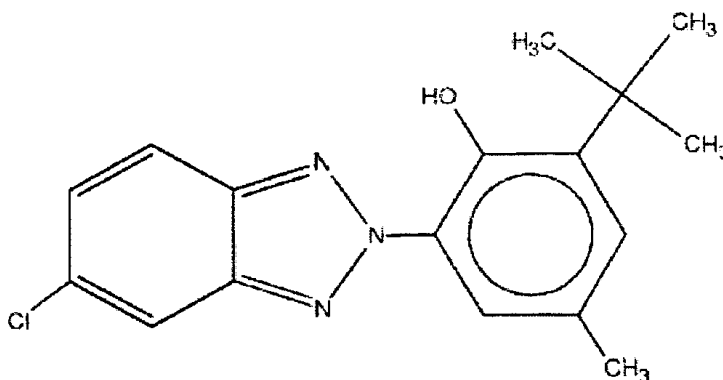
- 10 Gracias al presente invento es posible ahora proporcionar unas intercapas, tales como unas intercapas de poli(vinil butiral), con un agente de óxido de wolframio, que tienen unas mejoradas características ópticas sin ninguna reducción inaceptable en la calidad óptica a lo largo del tiempo.

REIVINDICACIONES

1. Una intercapa para su uso en un acristalamiento de capas múltiples, que comprende: una capa polimérica, comprendiendo dicha capa polimérica un poli(vinil butiral), un agente de óxido de wolframio, una molécula que tiene un grupo de benzotriazol y el bis(2-etil-butirato) de magnesio.
- 5 2. La intercapa de la reivindicación 1, en la que dicha capa polimérica comprende de 0,01 a 1,0 por ciento en peso de dicho agente de óxido de wolframio.
3. La intercapa de la reivindicación 1, en la que dicho agente de óxido de wolframio es descrito por la fórmula general W_yO_z , en la que **W** es wolframio y **O** es oxígeno, y satisface la condición $2,0 < z/y < 3,0$, y los que son descritos por la fórmula general $M_xW_yO_z$, en la que **M** es un elemento seleccionado entre H, He, metales alcalinos, metales alcalino-térreos, metales de las tierras raras, Mg, Zr, Cr, Mn, Fe, Ru, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Al, Ga, In, Tl, Si, Ge, Sn, Pb, Sb, B, F, P, S, Se, Br, Te, Ti, Nb, V, Mo, Ta, Re, **W** es wolframio, **O** es oxígeno, y satisfacen las condiciones $0,001 \leq x/y \leq 1,0$ y $2,0 \leq z/y \leq 3,0$.
- 10 4. La intercapa de la reivindicación 1, en la que dicho óxido de wolframio está presente en una cantidad suficiente para bloquear de un 70% a un 95% de la luz del infrarrojo próximo.
- 15 5. La intercapa de la reivindicación 1, en la que dicha molécula que tiene un grupo de benzotriazol posee la fórmula estructural:



6. La intercapa de la reivindicación 1, en la dicha molécula que tiene un grupo de benzotriazol posee la fórmula estructural:



7. Un panel de acristalamiento de capas múltiples, que comprende:
una lámina de vidrio; y
una intercapa de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 6, en contacto con dicha lámina de vidrio.