

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6943767号
(P6943767)

(45) 発行日 令和3年10月6日 (2021. 10. 6)

(24) 登録日 令和3年9月13日 (2021. 9. 13)

(51) Int. Cl.	F I
C03C 27/12 (2006.01)	C O 3 C 27/12 N
B32B 17/10 (2006.01)	B 3 2 B 17/10
B32B 27/20 (2006.01)	B 3 2 B 27/20 A
B60J 1/00 (2006.01)	B 6 0 J 1/00 J

請求項の数 4 (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2017-549534 (P2017-549534)	(73) 特許権者	000002174
(86) (22) 出願日	平成29年8月2日 (2017. 8. 2)		積水化学工業株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2017/028137		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	W02018/025937	(74) 代理人	110000914
(87) 国際公開日	平成30年2月8日 (2018. 2. 8)		特許業務法人 安富国際特許事務所
審査請求日	令和2年7月7日 (2020. 7. 7)	(72) 発明者	山本 聖樹
(31) 優先権主張番号	特願2016-153260 (P2016-153260)		日本国滋賀県甲賀市水口町泉1259 積水化学工業株式会社内
(32) 優先日	平成28年8月3日 (2016. 8. 3)	(72) 発明者	松本 学
(33) 優先権主張国・地域又は機関	日本国 (JP)		日本国滋賀県甲賀市水口町泉1259 積水化学工業株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願2016-153261 (P2016-153261)	(72) 発明者	乾 浩彰
(32) 優先日	平成28年8月3日 (2016. 8. 3)		オランダ王国 6045JB ルールモン
(33) 優先権主張国・地域又は機関	日本国 (JP)		ト メタルヴェフ 5, セキスイ エス・レック ベー. フェー. 内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 着色合わせガラス用中間膜及び着色合わせガラス

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

J I S R 3 2 0 2 (1 9 9 6) に準拠した 2 枚のクリアガラスを用いて合わせガラスを作製した際に、可視光線透過率 T_v が 5 % 以下である着色合わせガラス用中間膜であって、

熱可塑性樹脂と着色剤を含有する第 1 の樹脂層と、熱可塑性樹脂を含有し、着色剤を含有しない第 2 の樹脂層との少なくとも 2 層の積層体からなり、

前記第 1 の樹脂層の厚みの最大値 t_{1max} と厚みの最小値 t_{1min} の差 Δt_1 と、前記第 1 の樹脂層の平均厚みとの比 (Δt_1 / 第 1 の樹脂層の平均厚み) が 0.30 以下である

ことを特徴とする着色合わせガラス用中間膜。

【請求項 2】

第 1 の樹脂層が、2 枚の第 2 の樹脂層に挟持された 3 層以上の積層体からなることを特徴とする請求項 1 記載の着色合わせガラス用中間膜。

【請求項 3】

第 1 の樹脂層の平均厚みが 100 ~ 500 μm 、第 2 の樹脂層の平均厚みが 100 μm 以上であることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の着色合わせガラス用中間膜。

【請求項 4】

請求項 1、2 又は 3 記載の着色合わせガラス用中間膜が、一对のガラス板の間に積層されていることを特徴とする着色合わせガラス。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、J I S R 3 2 0 2 (1 9 9 6) に準拠した2枚のクリアガラスを用いて合わせガラスを作製した際に、可視光線透過率 T_v が5%以下でありながら、部位による可視光線透過率のばらつきが小さく、美観に優れる着色合わせガラス用中間膜、及び、該着色合わせガラス用中間膜を用いた着色合わせガラスに関する。

【背景技術】

【0002】

合わせガラスは、外部衝撃を受けて破損してもガラスの破片が飛散することが少なく安全であるため、自動車等の車両のフロントガラス、サイドガラス、リアガラス、ルーフガラスや、航空機、建築物等の窓ガラス等として広く使用されている。合わせガラスとして、少なくとも一対のガラス間に、例えば、液状可塑剤とポリビニルアセタール樹脂とを含む合わせガラス用中間膜を介在させ、一体化させた合わせガラス等が挙げられる。

【0003】

近年、ガラスに求められる性能も多様化してきており、意匠性、プライバシー保護性、遮光性等の観点から、着色した合わせガラスが求められるようになってきている。とりわけ、可視光線透過率 T_v が5%以下である高着色された合わせガラスは特に高いプライバシー保護性を発揮できることから、車両のルーフガラスや建築物等の窓ガラス等に好適に用いられる。更に、車載カメラを備えたミラーレスの自動車が普及してくると、自動車のサ

【0004】

着色された合わせガラスは、顔料等の着色剤を配合した合わせガラス用中間膜を用いて作製されることが一般的である（例えば、特許文献1）。しかしながら、この方法により可視光線透過率 T_v 5%以下を達成するためには、合わせガラス用中間膜に多量の着色剤を配合する必要がある。このような多量の着色剤を配合した合わせガラス用中間膜では、部位によって可視光線透過率が大きくばらつき、美観の点で不具合が生じるという問題があった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2010-248026号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、上記現状に鑑み、J I S R 3 2 0 2 (1 9 9 6) に準拠した2枚のクリアガラスを用いて合わせガラスを作製した際に、可視光線透過率 T_v が5%以下でありながら、部位による可視光線透過率のばらつきが小さく、美観に優れる着色合わせガラス用中間膜、及び、該着色合わせガラス用中間膜を用いた着色合わせガラスを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は、J I S R 3 2 0 2 (1 9 9 6) に準拠した2枚のクリアガラスを用いて合わせガラスを作製した際に、可視光線透過率 T_v が5%以下である着色合わせガラス用中間膜であって、熱可塑性樹脂と着色剤を含有する第1の樹脂層と、熱可塑性樹脂を含有し、着色剤を含有しない第2の樹脂層との少なくとも2層の積層体からなり、前記第1の樹脂層の厚みの最大値 t_{1max} と厚みの最小値 t_{1min} の差 Δt_1 と、前記第1の樹脂層の平均厚みとの比 $(\Delta t_1 / \text{第1の樹脂層の平均厚み})$ が0.30以下である着色合わせガラス用中間膜である。

以下に本発明を詳述する。

【0008】

本発明者らは、JIS R3202(1996)に準拠した2枚のクリアガラスを用いて合わせガラスを作製した際に、可視光線透過率 T_v が5%以下である着色合わせガラス用中間膜において、部位による可視光線透過率のばらつきが生じる原因について検討した。その結果、まず転写の問題があることを見出した。合わせガラス用中間膜は、通常はロール状に巻き取った状態で保管され、該ロール状体から引き出して合わせガラスの製造に供される。JIS R3202(1996)に準拠した2枚のクリアガラスを用いて合わせガラスを作製した際に、可視光線透過率 T_v が5%以下となるように多量の着色剤を配合した合わせガラス用中間膜では、着色剤の一部が合わせガラス用中間膜の表面にブリードアウトし易くなる。このような着色合わせガラス用中間膜では、ロール状体での保管中や、ロール状体から引き出した後の作業中に、ブリードアウトした着色剤が他の合わせガラス用中間膜や作業者の手等に転写してしまうことがある。転写が生じた部分では、着色剤の配合量が少なくなることから、周囲と可視光線透過率の相違が生じることになる。

これに対して本発明者らは、着色合わせガラス用中間膜を、熱可塑性樹脂と着色剤を含有する第1の樹脂層と、熱可塑性樹脂を含有し、着色剤を含有しない第2の樹脂層との少なくとも2層の積層体からなるものとした。着色剤を含有しない第2の樹脂層を積層することにより、着色剤を含有する第1の樹脂層からの着色剤の転写を防止することができる。とりわけ、着色剤を含有する第1の樹脂層が、2枚の着色剤を含有しない第2の樹脂層に挟持された3層以上の積層体とした場合には、着色剤を含有する第1の樹脂層からの着色剤の転写をほぼ防止することができた。

【0009】

しかしながら、上記積層体からなる着色合わせガラス用中間膜であっても、なお部位による可視光線透過率のばらつきを充分には防止できないことがある。本発明者らは、更に鋭意検討の結果、第1の樹脂層の厚みの揺らぎが、可視光線透過率のばらつきをもたらしていることを見出した。そして、第1の樹脂層の厚みの最大値 t_{1max} と厚みの最小値 t_{1min} の差 Δt_1 と、第1の樹脂層の平均厚みとの比(Δt_1 /第1の樹脂層の平均厚み)を0.30以下とすることにより、部位による可視光線透過率のばらつきを小さく抑えることができることを見出し、本発明を完成した。

【0010】

本発明の着色合わせガラス用中間膜は、熱可塑性樹脂と着色剤を含有する第1の樹脂層と、熱可塑性樹脂を含有し、着色剤を含有しない第2の樹脂層との少なくとも2層の積層体からなる。上記第1の樹脂層は、本発明の着色合わせガラス用中間膜の可視光線透過率を調整する役割を有する。また、上記第2の樹脂層は、上記第1の樹脂層に積層することにより、上記第1の樹脂層からの着色剤の転写を防止して、部位による可視光線透過率のばらつきの発生を抑える役割を有する。

本発明の着色合わせガラス用中間膜は、上記第1の樹脂層が、2枚の上記第2の樹脂層に挟持された3層以上の積層体であることが好ましい。

【0011】

なお、上記第1の樹脂層は、本発明の着色合わせガラス用中間膜の全面に配置されていてもよく、一部のみに配置されていてもよい。例えば、自動車のフロントガラスにおけるシェードは、合わせガラス用中間膜の一部にのみ上記第1の樹脂層を配置することにより得ることができる。

【0012】

本発明の着色合わせガラス用中間膜を上記積層体とすることにより、得られる着色合わせガラス用中間膜のヘイズ値の上昇を抑えるという効果も発揮することができる。

積層体からなる合わせガラス用中間膜は、通常、共押出法により製造される。この際、上記第1の樹脂層と第2の樹脂層とを分けて積層体とすることにより、第1の樹脂層を押し出す押出機と第2の樹脂層を押し出す押出機とを別にすることが可能となる。これにより、押出時の混練による発熱を抑制することができ、該発熱を原因とするヘイズ値の上昇を防止できるものと考えられる。

【 0 0 1 3 】

上記第 1 の樹脂層は、熱可塑性樹脂と着色剤を含有する。

上記熱可塑性樹脂として、例えば、ポリフッ化ビニリデン、ポリテトラフルオロエチレン、フッ化ビニリデン - 六フッ化プロピレン共重合体、ポリ三フッ化エチレン、アクリロニトリル - ブタジエン - スチレン共重合体、ポリエステル、ポリエーテル、ポリアミド、ポリカーボネート、ポリアクリレート、ポリメタクリレート、ポリ塩化ビニル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリビニルアセタール、エチレン - 酢酸ビニル共重合体等が挙げられる。なかでも、上記樹脂層はポリビニルアセタール、又は、エチレン - 酢酸ビニル共重合体を含有することが好ましく、ポリビニルアセタールを含有することがより好ましい。

10

【 0 0 1 4 】

上記ポリビニルアセタールは、例えば、ポリビニルアルコールをアルデヒドによりアセタール化することにより製造できる。上記ポリビニルアルコールは、例えば、ポリ酢酸ビニルをけん化することにより製造できる。上記ポリビニルアルコールのけん化度は、一般に 70 ~ 99 . 8 モル % の範囲内である。

【 0 0 1 5 】

上記ポリビニルアルコールの平均重合度は、好ましくは 200 以上、より好ましくは 500 以上、更に好ましくは 1700 以上、特に好ましくは 1700 を超え、好ましくは 5000 以下、より好ましくは 4000 以下、更に好ましくは 3000 以下、特に好ましくは 3000 未満である。上記平均重合度が上記下限以上であると、合わせガラスの耐貫通性がより一層高くなる。上記平均重合度が上記上限以下であると、中間膜の成形が容易になる。

20

【 0 0 1 6 】

上記ポリビニルアルコールの平均重合度は、J I S K 6 7 2 6 「ポリビニルアルコール試験方法」に準拠した方法により求められる。

【 0 0 1 7 】

上記ポリビニルアセタールに含まれているアセタール基の炭素数は特に限定されない。上記ポリビニルアセタールを製造する際に用いるアルデヒドは特に限定されない。上記ポリビニルアセタールにおけるアセタール基の炭素数の好ましい下限は 3、好ましい上限は 6 である。上記ポリビニルアセタールにおけるアセタール基の炭素数が 3 以上であると、中間膜のガラス転移温度が十分に低くなり、また、可塑剤のブリードアウトを防止することができる。アルデヒドの炭素数を 6 以下とすることにより、ポリビニルアセタールの合成を容易にし、生産性を確保できる。上記炭素数が 3 ~ 6 のアルデヒドとしては、直鎖状のアルデヒドであってもよいし、分枝状のアルデヒドであってもよく、例えば、n - ブチルアルデヒド、n - バレルアルデヒド等が挙げられる。

30

【 0 0 1 8 】

上記アルデヒドは特に限定されない。上記アルデヒドとして、一般には、炭素数が 1 ~ 10 のアルデヒドが好適に用いられる。上記炭素数が 1 ~ 10 のアルデヒドとしては、例えば、プロピオンアルデヒド、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、アセトアルデヒド及びベンズアルデヒド等が挙げられる。なかでも、プロピオンアルデヒド、n - ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒド、n - ヘキシルアルデヒド又は n - バレルアルデヒドが好ましく、プロピオンアルデヒド、n - ブチルアルデヒド又はイソブチルアルデヒドがより好ましく、n - ブチルアルデヒドが更に好ましい。上記アルデヒドは、1 種のみが用いられてもよく、2 種以上が併用されてもよい。

40

【 0 0 1 9 】

上記ポリビニルアセタールの水酸基の含有率（水酸基量）は、好ましくは 10 モル % 以上、より好ましくは 15 モル % 以上、更に好ましくは 18 モル % 以上、好ましくは 40 モル % 以下、より好ましくは 35 モル % 以下である。上記水酸基の含有率が上記下限以上であ

50

ると、中間膜の接着力がより一層高くなる。また、上記水酸基の含有率が上記上限以下であると、中間膜の柔軟性が高くなり、中間膜の取扱いが容易になる。

【0020】

上記ポリビニルアセタールの水酸基の含有率は、水酸基が結合しているエチレン基量を、主鎖の全エチレン基量で除算して求めたモル分率を百分率で示した値である。上記水酸基が結合しているエチレン基量は、例えば、JIS K 6726「ポリビニルアルコール試験方法」に準拠して又はASTM D 1396 - 92に準拠して、測定することにより求めることができる。

【0021】

上記ポリビニルアセタールのアセチル化度（アセチル基量）は、好ましくは0.1モル%以上、より好ましくは0.3モル%以上、更に好ましくは0.5モル%以上、好ましくは30モル%以下、より好ましくは25モル%以下、更に好ましくは20モル%以下である。上記アセチル化度が上記下限以上であると、ポリビニルアセタールと可塑剤との相溶性が高くなる。上記アセチル化度が上記上限以下であると、中間膜及び合わせガラスの耐湿性が高くなる。

10

【0022】

上記アセチル化度は、主鎖の全エチレン基量から、アセタール基が結合しているエチレン基量と、水酸基が結合しているエチレン基量とを差し引いた値を、主鎖の全エチレン基量で除算して求めたモル分率を百分率で示した値である。上記アセタール基が結合しているエチレン基量は、例えば、JIS K 6728「ポリビニルブチラール試験方法」に準拠して又はASTM D 1396 - 92に準拠して測定できる。

20

【0023】

上記ポリビニルアセタールのアセタール化度（ポリビニルブチラール樹脂の場合にはブチラール化度）は、好ましくは50モル%以上、より好ましくは53モル%以上、更に好ましくは60モル%以上、特に好ましくは63モル%以上、好ましくは85モル%以下、より好ましくは75モル%以下、更に好ましくは70モル%以下である。上記アセタール化度が上記下限以上であると、ポリビニルアセタールと可塑剤との相溶性が高くなる。上記アセタール化度が上記上限以下であると、ポリビニルアセタールを製造するために必要な反応時間が短くなる。

【0024】

上記アセタール化度は、アセタール基が結合しているエチレン基量を、主鎖の全エチレン基量で除算して求めたモル分率を百分率で示した値である。

30

【0025】

上記アセタール化度は、JIS K 6728「ポリビニルブチラール試験方法」に準拠した方法又はASTM D 1396 - 92に準拠した方法により、アセチル化度と水酸基の含有率とを測定し、得られた測定結果からモル分率を算出し、次いで、100モル%からアセチル化度と水酸基の含有率とを差し引くことにより算出され得る。

【0026】

なお、上記水酸基の含有率（水酸基量）、アセタール化度（ブチラール化度）及びアセチル化度は、JIS K 6728「ポリビニルブチラール試験方法」に準拠した方法により測定された結果から算出することが好ましい。ポリビニルアセタールがポリビニルブチラール樹脂である場合は、上記水酸基の含有率（水酸基量）、アセタール化度（ブチラール化度）及びアセチル化度は、JIS K 6728「ポリビニルブチラール試験方法」に準拠した方法により測定された結果から算出することが好ましい。

40

【0027】

上記着色剤としては特に限定されず、従来から合わせガラス用中間膜に配合される顔料、染料を用いることができる。なかでも、容易に着色合わせガラスの可視光線透過率 T_v を5%以下とすることができることから、顔料が好適である。

【0028】

上記顔料としては特に限定されず、例えば、フタロシアニン、フタロシアニンの誘導体、

50

アントラキノン、アントラキノンの誘導体、ペリレン、ペリレンの誘導体、酸化チタン、酸化チタンの誘導体、アゾ化合物、カーボンブラック等が挙げられる。なかでも、上記熱可塑性樹脂との親和性が高く、ブリードアウトしにくいことから、フタロシアニン、フタロシアニンの誘導体、アントラキノン、アントラキノンの誘導体、ペリレン、ペリレンの誘導体、カーボンブラックが好適であり、カーボンブラックが特に好適である。

【0029】

上記第1の樹脂層における上記着色剤の含有量は、JIS R3202(1996)に準拠した2枚のクリアガラスを用いて合わせガラスを作製した際の可視光線透過率Tvが5%以下である限りは特に限定されない。例えば、上記着色剤がカーボンブラックである場合には、上記第1の樹脂層100質量%に対するカーボンブラックの含有量の好ましい下限は0.01質量%、好ましい上限は0.30質量%である。上記カーボンブラックの含有量がこの範囲内であると、ブリードアウトを防止しながら、着色合わせガラスの可視光線透過率Tvを5%以下に調整することができる。上記着色剤の含有量のより好ましい下限は0.02質量%、より好ましい上限は0.20質量%であり、更に好ましい下限は0.03質量%、更に好ましい上限は0.10質量%、特に好ましい上限は0.08質量%、最も好ましい上限は0.05質量%である。

10

【0030】

上記第1の樹脂層は、可塑剤を含有することが好ましい。

上記可塑剤としては、合わせガラス用中間膜に一般的に用いられる可塑剤であれば特に限定されず、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可塑剤や、有機リン酸化合物、有機亜リン酸化合物等のリン酸可塑剤等が挙げられる。

20

上記有機可塑剤として、例えば、トリエチレングリコール-ジ-2-エチルヘキサノエート、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-n-ヘプタノエート、テトラ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-2-エチルブチレート、テトラエチレングリコール-ジ-n-ヘプタノエート、ジエチレングリコール-ジ-2-エチルヘキサノエート、ジエチレングリコール-ジ-2-エチルブチレート、ジエチレングリコール-ジ-n-ヘプタノエート等が挙げられる。なかでも、上記樹脂層はトリエチレングリコール-ジ-2-エチルヘキサノエート、トリエチレングリコール-ジ-2-エチルブチレート、又は、トリエチレングリコール-ジ-n-ヘプタノエートを含むことが好ましく、トリエチレングリコール-ジ-2-エチルヘキサノエートを含むことがより好ましい。

30

【0031】

上記第1の樹脂層における上記可塑剤の含有量は特に限定されないが、上記熱可塑性樹脂100質量部に対する好ましい下限は25質量部、好ましい上限は80質量部である。上記可塑剤の含有量がこの範囲内であると、高い耐貫通性を発揮することができる。上記可塑剤の含有量のより好ましい下限は30質量部、より好ましい上限は70質量部である。

【0032】

上記第1の樹脂層は、最外層としてガラスと直接接触する場合には、接着剤調整剤を含有することが好ましい。

上記接着剤調整剤としては、例えば、アルカリ金属塩又はアルカリ土類金属塩が好適に用いられる。上記接着剤調整剤として、例えば、カリウム、ナトリウム、マグネシウム等の塩が挙げられる。なかでも合わせガラスを製造するときに、ガラスと中間膜との接着力を容易に調整できることから、マグネシウム塩が好適である。

40

上記塩を構成する酸としては、例えば、オクチル酸、ヘキシル酸、2-エチル酪酸、酪酸、酢酸、蟻酸等のカルボン酸の有機酸、又は、塩酸、硝酸等の無機酸が挙げられる。

【0033】

上記第1の樹脂層は、必要に応じて、酸化防止剤、光安定剤、接着剤調整剤として変成シリコーンオイル、難燃剤、帯電防止剤、耐湿剤、熱線反射剤、蛍光剤、熱線吸収剤等の添加剤を含有してもよい。

【0034】

50

上記第2の樹脂層は、熱可塑性樹脂を含有する。上記第2の樹脂層に含有する熱可塑性樹脂としては、上記第1の樹脂層に含有されるのと同様の熱可塑性樹脂が挙げられる。

また、上記第2の樹脂層は、上記可塑剤、接着剤調整剤や、必要に応じて酸化防止剤、光安定剤、接着剤調整剤として変成シリコンオイル、難燃剤、帯電防止剤、耐湿剤、熱線反射剤、蛍光剤、熱線吸収剤等の添加剤を含有してもよい。

【0035】

上記第2の樹脂層は、着色剤を含有しない。ただし、ブリードアウトや転写が生じない範囲の少量であれば、着色剤を含有してもよい。また、上記第1の樹脂層に含まれる着色剤の一部が、当初は着色剤が含まれない上記第2の樹脂層に移行するような場合も、ブリードアウトや転写が生じない範囲の少量であれば、上記第2の樹脂層は着色剤を含有してもよい。具体的には例えば、上記熱可塑性樹脂100質量部に対して0.001質量部以下の着色剤であれば、ブリードアウトや転写が生じることもなく、本発明の優れた効果を阻害することもない。

上記第2の樹脂層が着色剤を含有する場合、上記第1の樹脂層に含有されるのと同様の着色剤を用いることができる。

【0036】

本発明の着色合わせガラス用中間膜においては、上記第1の樹脂層の厚みの最大値 t_{1max} と厚みの最小値 t_{1min} の差 Δt_1 と、上記第1の樹脂層の平均厚みとの比(Δt_1 /第1の樹脂層の平均厚み)が0.30以下である。即ち、上記第1の樹脂層の平均の厚みに対する厚みのばらつきを一定以下に小さく抑えることにより、着色合わせガラス用中間膜全体として、部位による可視光線透過率のばらつきを抑えることができる。上記比(Δt_1 /第1の樹脂層の平均厚み)は、0.25以下であることが好ましく、0.22以下であることがより好ましい。

なお、着色合わせガラス用中間膜の各樹脂層の厚みは、鋭利なレザー刃で、各樹脂層の断面が露出するように、上記中間膜を厚み方向に垂直に切断した後、上記中間膜の露出した断面をデジタルマイクロスコープ(例えば、OLYMPUS社製「DSX500」等)で観察して、スケールバー(マイクロゲージ)及び簡易計測機能により測定する。簡易計測機能では、平行幅距離又は2点間距離を選択することが好ましい。また、観察時の倍率は277倍であることが好ましく、視野範囲は $980\mu m \times 980\mu m$ であることが好ましい。着色合わせガラス用中間膜の任意の20箇所を上記デジタルマイクロスコープにて観察し、同一視野の各樹脂層の5箇所の厚みを測定する。合計 20×5 箇所、即ち100箇所の測定結果の中から最大値、最小値、平均値を求め、上記第1の樹脂層の厚みの最大値 t_{1max} 、厚みの最小値 t_{1min} 、上記第2の樹脂層の厚みの最大値 t_{2max} 、厚みの最小値 t_{2min} 、第1の樹脂層の平均厚み、第2の樹脂層の平均厚みを求める。

【0037】

上記比(Δt_1 /第1の樹脂層の平均厚み)を0.30以下とする方法は限定されないが、上記第1の樹脂層と第2の樹脂層の厚みを調整する方法が挙げられる。

積層体からなる合わせガラス用中間膜は、通常、共押出法により製造される。この際、第1の樹脂層の厚みを比較的厚くすることにより、上記第1の樹脂層の厚みの変動を最小限に抑えることができる。

【0038】

具体的には、上記第1の樹脂層の平均厚みを $100 \sim 500\mu m$ 、第2の樹脂層の平均厚みを $100\mu m$ 以上とすることが好ましい。

上記第1の樹脂層の平均厚みが $100 \sim 500\mu m$ の範囲内であれば、上記着色剤の配合により、JIS R3202(1996)に準拠した2枚のクリアガラスを用いて合わせガラスを作製した際の可視光線透過率 T_v を5%以下に容易に調整することができる。上記第1の樹脂層の平均厚みのより好ましい下限は $150\mu m$ 、より好ましい上限は $450\mu m$ であり、更に好ましい下限は $200\mu m$ 、更に好ましい上限は $400\mu m$ であり、特に好ましい下限は $300\mu m$ である。

上記第2の樹脂層の平均厚みが $100\mu m$ 以上であれば、上記第1の樹脂層の平均厚みの

10

20

30

40

50

変動を抑えることができる。上記第2の樹脂層の平均厚みは200 μ m以上であることがより好ましく、250 μ m以上であることが更に好ましい。上記第2の樹脂層の平均厚みの上限は特に限定されないが、1000 μ m程度が実質的な上限である。

【0039】

共押出法により本発明の着色合わせガラス用中間膜を製造する場合には、フィードブロック法を採用することが好ましい。フィードブロック法については、例えば、特許第5220607号を参照されたい。フィードブロック法に用いる合わせガラス用中間膜製造装置は、1つの最表層形成用の第1の押出機を有する。第1の押出機には、層配置用ガイドに設けられた1つの第1の供給孔が接続されており、該層配置用ガイド内において、最表層形成用流路の一端が該第1の供給孔に接続されている。該最表層形成用流路は中間において第1、第2の分岐流路に分岐されており、第1、第2の分岐流路の端部が第1、第2の最表層形成用出口にそれぞれ接続されている。

10

フィードブロック法を採用することにより、例えば、上記第1の樹脂層が一部のみに配置されている着色合わせガラス用中間膜を製造する場合において、上記第1の樹脂層の厚みや幅を自由に設定することができ、かつ、色すじや色抜けのない着色合わせガラス用中間膜を製造することができる。

【0040】

本発明の着色合わせガラス用中間膜は、JIS R3202(1996)に準拠した2枚のクリアガラスを用いて合わせガラスを作製した際の可視光線透過率 T_v が5%以下である。これにより、優れた意匠性、プライバシー保護性、遮光性等を発揮することができ、車両のサイドガラス、リアガラス、ルーフガラスや建築物等の窓ガラス等に好適に用いることができる。本発明の着色合わせガラス用中間膜の可視光線透過率 T_v は、2%以下であることが好ましい。

20

なお、上記可視光線透過率は、以下の手順に従って測定される。JIS R3202(1996)に準拠した2枚のクリアガラスを用いて合わせガラスを作製し、得られた合わせガラスの任意の20箇所について、分光光度計(例えば、日立ハイテク社製「U-4100」等)を用いて、JIS R3106(1998)に準拠して、得られた合わせガラスの波長380~780nmにおける可視光線透過率を測定した。測定した可視光線透過率の20点の平均値と、標準偏差を求め、可視光線透過率の平均値を標準偏差で割った値(可視光線透過率の平均値/標準偏差)をCV値として算出した。

30

なお、合わせガラスを作製した際の可視光線透過率の測定において測定のバラツキを抑えられることから、用いるJIS R3202(1996)に準拠した2枚のクリアガラスは、1枚の厚みが2.4~2.5mm、且つ、1枚の可視光線透過率が90.0~91.0%であるクリアガラスであることが好ましい。なかでも、1枚の厚みが2.5mm、1枚の可視光線透過率が90.5%であるクリアガラスを用いることがより好ましい。

【0041】

本発明の着色合わせガラス用中間膜は、ガラスに接する少なくとも一方の表面に、多数の凹部を有することが好ましい。これにより、合わせガラスの製造時における脱気性を確保することができる。本発明の着色合わせガラス用中間膜では、上記比(Δt_1 /第1の樹脂層の平均厚み)を0.30以下とする目的で、第1の樹脂層及び第2の樹脂層の平均厚みを調整することにより、表面に多数の凹部を形成しても、可視光線透過率のばらつきにほとんど影響することがない。

40

【0042】

本発明の着色合わせガラス用中間膜においては、上記凹部は、底部が連続した溝形状(刻線状)を有し、且つ、規則的に並列していることが好ましい。

また、本発明の着色合わせガラス用中間膜においては、上記凹部は、底部が連続した溝形状を有し、且つ、平行に並列していることが好ましい。更に、本発明の着色合わせガラス用中間膜においては、上記凹部は、底部が連続した溝形状を有し、且つ、上記凹部が平行して規則的に並列していることが好ましい。

【0043】

50

一般に、2枚のガラス板の間に合わせガラス用中間膜が積層された積層体を予備圧着及び本圧着するときの空気の抜け易さは、上記凹部の底部の連通性及び平滑性と密接な関係がある。

合わせガラス用中間膜の少なくとも一方の面の凹部の形状を、底部が連続した溝形状である凹部が規則的に並列している形状とすることにより、底部の連通性はより優れ、予備圧着及び本圧着の際に著しく脱気性が向上する。

また、合わせガラス用中間膜の少なくとも一方の面の凹部の形状を、底部が連続した溝形状である凹部が平行に並列している形状とすることにより、底部の連通性はより優れ、予備圧着及び本圧着の際に著しく脱気性が向上する。

更に、合わせガラス用中間膜の少なくとも一方の面の凹部の形状を、底部が連続した溝形状である凹部が平行して規則的に並列している形状とすることにより、底部の連通性は更により一層優れ、予備圧着及び本圧着の際に更により一層著しく脱気性が向上する。

なお、「規則的に並列している」とは、凹部を有する中間膜の表面を観察した際に、一定の方向に周期的に底部が連続した溝形状である凹部が並列していることを意味する。また、「平行して並列している」とは、隣接する上記凹部が平行して等間隔に並列していてもよく、隣接する上記凹部が平行して並列しているが、すべての隣接する上記凹部の間隔が等間隔でなくともよいことを意味する。

【0044】

図1及び図2に、表面に底部が連続した溝形状である凹部が等間隔、かつ、隣接する凹部が平行して並列している合わせガラス用中間膜の一例を表す模式図を示した。図3に、表面に底部が連続した溝形状である凹部が規則的に並列している合わせガラス用中間膜の表面を、3次元粗さ測定器（KEYENCE社製、「KS-1100」、先端ヘッド型番「LT-9510VM」）を用いて測定した3次元粗さの画像データを示した。

【0045】

上記凹部を有する表面の粗さ（Rz）の好ましい下限は5 µm、好ましい上限は90 µmである。上記凹部を有する表面の粗さ（Rz）をこの範囲内とすることにより、優れた脱気性を発揮することができる。

なお、本明細書において上記凹部を有する表面の粗さ（Rz）は、JIS B-0601（1994）に準ずる方法により測定される。

なお、本明細書において上記凹部を有する表面の粗さ（Rz）とは、JIS B-0601（1994）「表面粗さ - 定義及び表示」に規定される、JIS B-0601（1994）に準じる方法により、得られた中間膜の十点平均粗さ（Rz）を意味する。上記凹部の粗さ（Rz）は、例えば、測定機として小坂研究所社製「Surfcorder SE300」を用い、測定時の触針計条件を、カットオフ値 = 2.5 mm、基準長さ = 2.5 mm、評価長さ = 12.5 mm、触針の先端半径 = 2 µm、先端角度 = 60°、測定速度 = 0.5 mm/s の条件で測定を行うことにより測定することができる。この際、測定時の環境を23 及び30 RH%下とする。触針を動かす方向は、凹部が刻線状の場合には溝方向に対して垂直方向とし、凹部が刻線状以外の場合には任意の方向とする。

【0046】

上記刻線状の凹部の粗さ（Rz）の好ましい下限は10 µm、好ましい上限は90 µmである。上記刻線状の凹部の粗さ（Rz）をこの範囲内とすることにより、優れた脱気性を発揮することができる。上記刻線状の凹部の粗さ（Rz）のより好ましい下限は20 µm、より好ましい上限は80 µmである。

なお、本明細書において刻線状の凹部の粗さ（Rz）は、上述のJIS B-0601（1994）に準ずる方法により測定される。

【0047】

隣接する上記刻線状の凹部の間隔の好ましい下限は10 µm、好ましい上限は500 µmである。上記刻線状の凹部の間隔をこの範囲内とすることにより、優れた脱気性を発揮することができる。上記刻線状の凹部の間隔のより好ましい下限は50 µm、より好ましい上限は300 µmである。

なお、本明細書において刻線状の凹部の間隔は、光学顕微鏡（例えば、SONIC社製、「BS-8000II」等）を用いて、合わせガラス用中間膜の第1の表面及び第2の表面（観察範囲20mm×20mm）を観察し、隣接する凹部の間隔を測定したうえで、隣接する凹部の最底部間の最短距離の平均値を算出することにより得られる。

【0048】

凹部が刻線状以外の場合には、上記凹部を有する表面の凹部の間隔Smは600μm以下であることが好ましく、450μm以下であることがより好ましく、400μm以下であることが更に好ましく、350μm以下であることが特に好ましい。これにより合わせガラス用中間膜をロール状に巻き取った場合の、合わせガラス用中間膜同士の自着力を低下させ、巻き出しを容易にすることができる。

10

なお、本明細書において凹部が刻線状以外の場合の凹部の間隔Smは、例えば、JIS B-0601(1994)「表面粗さ-定義及び表示」に規定される、JIS B-0601(1994)に準じる方法により、得られた中間膜の表面の凹部の平均間隔(Sm)を意味する。上記凹部の間隔Smは、測定機として小坂研究所社製「Surfcorder SE300」を用い、測定時の触針計条件を、カットオフ値=2.5mm、基準長さ=2.5mm、評価長さ=12.5mm、触針の先端半径=2μm、先端角度=60°、測定速度=0.5mm/sの条件で測定を行うことにより測定することができる。この際、測定時の環境を23及び30RH%下とする。触針を動かす方向は、任意の方向とする。

【0049】

20

本発明の着色合わせガラス用中間膜は、上記第1の樹脂層及び上記第2の樹脂層を特定の組合せにすることによって、得られる合わせガラスに機能を付与することもできる。例えば、遮音性を付与することができる。遮音性を付与する場合の組合せとしては、上記第1の樹脂層として遮音層と、上記第2の樹脂層として保護層とを用いる組合せが好ましい。上記遮音層がポリビニルアセタールXと可塑剤と着色剤とを含み、上記保護層がポリビニルアセタールYと可塑剤とを含む組合せが好ましい。更に、2層の上記保護層の間に、上記遮音が積層されている場合、優れた遮音性を有する合わせガラス用中間膜（以下、遮音中間膜ともいう。）を得ることができる。以下、遮音中間膜について、より具体的に説明する。

【0050】

30

上記遮音中間膜において、上記遮音層は遮音性を付与する役割を有する。上記遮音層は、ポリビニルアセタールXと着色剤と可塑剤とを含有することが好ましい。上記ポリビニルアセタールXは、ポリビニルアルコールをアルデヒドによりアセタール化することにより調製することができる。上記ポリビニルアルコールは、通常、ポリ酢酸ビニルをけん化することにより得られる。

上記ポリビニルアルコールの平均重合度の好ましい下限は200、好ましい上限は500である。上記ポリビニルアルコールの平均重合度を200以上とすることにより、得られる遮音中間膜の耐貫通性を向上させることができ、5000以下とすることにより、遮音層の成形性を確保することができる。上記ポリビニルアルコールの平均重合度のより好ましい下限は500、より好ましい上限は4000である。

40

なお、上記ポリビニルアルコールの平均重合度は、JIS K6726「ポリビニルアルコール試験方法」に準拠した方法により求められる。

【0051】

上記ポリビニルアルコールをアセタール化するためのアルデヒドの炭素数の好ましい下限は4、好ましい上限は6である。アルデヒドの炭素数を4以上とすることにより、充分な量の可塑剤を安定して含有させることができ、優れた遮音性能を発揮することができる。また、可塑剤のブリードアウトを防止することができる。アルデヒドの炭素数を6以下とすることにより、ポリビニルアセタールXの合成を容易にし、生産性を確保できる。上記炭素数が4～6のアルデヒドとしては、直鎖状のアルデヒドであってもよいし、分枝状のアルデヒドであってもよく、例えば、n-ブチルアルデヒド、n-バレルアルデヒド等が

50

挙げられる。

【0052】

上記ポリビニルアセタールXの水酸基量の好ましい上限は30モル%である。上記ポリビニルアセタールXの水酸基量を30モル%以下とすることにより、遮音性を発揮するのに必要な量の可塑剤を含有させることができ、可塑剤のブリードアウトを防止することができる。上記ポリビニルアセタールXの水酸基量のより好ましい上限は28モル%、更に好ましい上限は26モル%、特に好ましい上限は24モル%、好ましい下限は10モル%、より好ましい下限は15モル%、更に好ましい下限は20モル%である。上記ポリビニルアセタールXの水酸基量は、水酸基が結合しているエチレン基量を、主鎖の全エチレン基量で除算して求めたモル分率を百分率(モル%)で表した値である。上記水酸基が結合しているエチレン基量は、例えば、JIS K 6728「ポリビニルブチラール試験方法」に準拠した方法により、上記ポリビニルアセタールXの水酸基が結合しているエチレン基量を測定することにより求めることができる。

10

【0053】

上記ポリビニルアセタールXのアセタール化度の好ましい下限は60モル%、好ましい上限は85モル%である。上記ポリビニルアセタールXのアセタール化度を60モル%以上とすることにより、遮音層の疎水性を高くして、遮音性を発揮するのに必要な量の可塑剤を含有させることができ、可塑剤のブリードアウトや白化を防止することができる。上記ポリビニルアセタールXのアセタール化度を85モル%以下とすることにより、ポリビニルアセタールXの合成を容易にし、生産性を確保することができる。上記ポリビニルアセタールXのアセタール化度の下限は65モル%がより好ましく、68モル%以上が更に好ましい。

20

上記アセタール化度は、JIS K 6728「ポリビニルブチラール試験方法」に準拠した方法により、上記ポリビニルアセタールXのアセタール基が結合しているエチレン基量を測定することにより求めることができる。

【0054】

上記ポリビニルアセタールXのアセチル化度の好ましい下限は0.1モル%、好ましい上限は30モル%である。上記ポリビニルアセタールXのアセチル化度を0.1モル%以上とすることにより、遮音性を発揮するのに必要な量の可塑剤を含有させることができ、ブリードアウトを防止することができる。また、上記ポリビニルアセタールXのアセチル化度を30モル%以下とすることにより、遮音層の疎水性を高くして、白化を防止することができる。上記アセチル化度のより好ましい下限は1モル%、更に好ましい下限は5モル%、特に好ましい下限は8モル%、より好ましい上限は25モル%、更に好ましい上限は20モル%である。上記アセチル化度は、主鎖の全エチレン基量から、アセタール基が結合しているエチレン基量と、水酸基が結合しているエチレン基量とを差し引いた値を、主鎖の全エチレン基量で除算して求めたモル分率を百分率(モル%)で表した値である。

30

【0055】

特に、上記遮音層に遮音性を発揮するのに必要な量の可塑剤を容易に含有させることができることから、上記ポリビニルアセタールXは、上記アセチル化度が8モル%以上のポリビニルアセタール、又は、上記アセチル化度が8モル%未満、かつ、アセタール化度が65モル%以上のポリビニルアセタールであることが好ましい。また、上記ポリビニルアセタールXは、上記アセチル化度が8モル%以上のポリビニルアセタール、又は、上記アセチル化度が8モル%未満、かつ、アセタール化度が68モル%以上のポリビニルアセタールであることが、より好ましい。

40

【0056】

上記遮音層における可塑剤の含有量は、上記ポリビニルアセタールX 100質量部に対する好ましい下限が45質量部、好ましい上限が80質量部である。上記可塑剤の含有量を45質量部以上とすることにより、高い遮音性を発揮することができ、80質量部以下とすることにより、可塑剤のブリードアウトが生じて、合わせガラス用中間膜の透明性や接着性の低下を防止することができる。上記可塑剤の含有量のより好ましい下限は50質量

50

部、更に好ましい下限は55質量部、より好ましい上限は75質量部、更に好ましい上限は70質量部である。

【0057】

上記遮音層の平均厚みの好ましい下限は100 μ m、好ましい上限は500 μ mである。上記遮音層の平均厚みがこの範囲内であれば、上記着色剤の配合により、JIS R3202(1996)に準拠した2枚のクリアガラスを用いて合わせガラスを作製した際の可視光線透過率 T_v を5%以下に容易に調整することができ、且つ、遮音性を向上させることができる。上記遮音層の平均厚みのより好ましい下限は150 μ m、より好ましい上限は450 μ mであり、更に好ましい下限は200 μ m、更に好ましい上限は400 μ mであり、特に好ましい下限は300 μ mである。

10

【0058】

上記保護層は、遮音層に含まれる大量の可塑剤がブリードアウトして、合わせガラス用中間膜とガラスとの接着性が低下するのを防止し、また、合わせガラス用中間膜に耐貫通性を付与する役割を有する。

上記保護層は、例えば、ポリビニルアセタールYと可塑剤とを含有することが好ましく、ポリビニルアセタールXより水酸基量が多いポリビニルアセタールYと可塑剤とを含有することがより好ましい。

【0059】

上記ポリビニルアセタールYは、ポリビニルアルコールをアルデヒドによりアセタール化することにより調製することができる。上記ポリビニルアルコールは、通常、ポリ酢酸ビニルをけん化することにより得られる。

20

また、上記ポリビニルアルコールの平均重合度の好ましい下限は200、好ましい上限は5000である。上記ポリビニルアルコールの平均重合度を200以上とすることにより、合わせガラス用中間膜の耐貫通性を向上させることができ、5000以下とすることにより、保護層の成形性を確保することができる。上記ポリビニルアルコールの平均重合度のより好ましい下限は500、より好ましい上限は4000である。

【0060】

上記ポリビニルアルコールをアセタール化するためのアルデヒドの炭素数の好ましい下限は3、好ましい上限は4である。アルデヒドの炭素数を3以上とすることにより、合わせガラス用中間膜の耐貫通性が高くなる。アルデヒドの炭素数を4以下とすることにより、ポリビニルアセタールYの生産性が向上する。

30

上記炭素数が3~4のアルデヒドとしては、直鎖状のアルデヒドであってもよいし、分枝状のアルデヒドであってもよく、例えば、n-ブチルアルデヒド等が挙げられる。

【0061】

上記ポリビニルアセタールYの水酸基量の好ましい上限は33モル%、好ましい下限は28モル%である。上記ポリビニルアセタールYの水酸基量を33モル%以下とすることにより、合わせガラス用中間膜の白化を防止することができる。上記ポリビニルアセタールYの水酸基量を28モル%以上とすることにより、合わせガラス用中間膜の耐貫通性が高くなる。

【0062】

40

上記ポリビニルアセタールYは、アセタール化度の好ましい下限が60モル%、好ましい上限が80モル%である。上記アセタール化度を60モル%以上とすることにより、十分な耐貫通性を発揮するのに必要な量の可塑剤を含有させることができる。上記アセタール化度を80モル%以下とすることにより、上記保護層とガラスとの接着力を確保することができる。上記アセタール化度のより好ましい下限は65モル%、より好ましい上限は69モル%である。

【0063】

上記ポリビニルアセタールYのアセチル化度の好ましい上限は7モル%である。上記ポリビニルアセタールYのアセチル化度を7モル%以下とすることにより、保護層の疎水性を高くして、白化を防止することができる。上記アセチル化度のより好ましい上限は2モル

50

%であり、好ましい下限は0.1モル%である。なお、ポリビニルアセタールA、B、及び、Yの水酸基量、アセタール化度、及び、アセチル化度は、ポリビニルアセタールXと同様の方法で測定できる。

【0064】

上記保護層における可塑剤の含有量は、上記ポリビニルアセタールY 100質量部に対する好ましい下限が20質量部、好ましい上限が45質量部である。上記可塑剤の含有量を20質量部以上とすることにより、耐貫通性を確保することができ、45質量部以下とすることにより、可塑剤のブリードアウトを防止して、合わせガラス用中間膜の透明性及び接着性の低下を防止することができる。上記可塑剤の含有量のより好ましい下限は30質量部、更に好ましい下限は35質量部、より好ましい上限は43質量部、更に好ましい上限は41質量部である。合わせガラスの遮音性がより一層向上することから、上記保護層における可塑剤の含有量は、上記遮音層における可塑剤の含有量よりも少ないことが好ましい。

10

【0065】

合わせガラスの遮音性がより一層向上することから、ポリビニルアセタールYの水酸基量はポリビニルアセタールXの水酸基量より大きいことが好ましく、1モル%以上大きいことがより好ましく、5モル%以上大きいことが更に好ましく、8モル%以上大きいことが特に好ましい。ポリビニルアセタールX及びポリビニルアセタールYの水酸基量を調整することにより、上記遮音層及び上記保護層における可塑剤の含有量を制御することができ、上記遮音層のガラス転移温度が低くなる。結果として、合わせガラスの遮音性がより一層向上する。

20

また、合わせガラスの遮音性がより一層向上することから、上記遮音層におけるポリビニルアセタールX 100質量部に対する、可塑剤の含有量（以下、含有量Xともいう。）は、上記保護層におけるポリビニルアセタールY 100質量部に対する、可塑剤の含有量（以下、含有量Yともいう。）より多いことが好ましく、5質量部以上多いことがより好ましく、15質量部以上多いことが更に好ましく、20質量部以上多いことが特に好ましい。含有量X及び含有量Yを調整することにより、上記遮音層のガラス転移温度が低くなる。結果として、合わせガラスの遮音性がより一層向上する。

【0066】

上記保護層の平均厚みは100 μ m以上であることが好ましい。上記保護層の平均厚みが100 μ m以上であれば、上記遮音層の平均厚みの変動を抑えることができる。上記保護層の平均厚みは200 μ m以上であることがより好ましく、250 μ m以上であることが更に好ましい。上記保護層の平均厚みの上限は特に限定されないが、1000 μ m程度が実質的な上限である。

30

【0067】

本発明の着色合わせガラス用中間膜が、一对のガラス板の間に積層されている着色合わせガラスもまた、本発明の1つである。

上記ガラス板は、一般に使用されている透明板ガラスを使用することができる。例えば、フロート板ガラス、磨き板ガラス、型板ガラス、網入りガラス、線入り板ガラス、着色された板ガラス、熱線吸収ガラス、熱線反射ガラス、グリーンガラス等の無機ガラスが挙げられる。また、ガラスの表面に紫外線遮蔽コート層を有する紫外線遮蔽ガラスも用いることができる。更に、ポリエチレンテレフタレート、ポリカーボネート、ポリアクリレート等の有機プラスチック板を用いることもできる。

40

上記ガラス板として、2種類以上のガラス板を用いてもよい。例えば、透明フロート板ガラスと、グリーンガラスのような着色されたガラス板との間に、本発明の着色合わせガラス用中間膜を積層した着色合わせガラスが挙げられる。また、上記ガラス板として、2種類以上の厚さの異なるガラス板を用いてもよい。

【発明の効果】

【0068】

本発明によれば、JIS R3202(1996)に準拠した2枚のクリアガラスを用い

50

て合わせガラスを作製した際に、可視光線透過率 T_v が5%以下でありながら、部位による可視光線透過率のばらつきが小さく、美観に優れる着色合わせガラス用中間膜、及び、該着色合わせガラス用中間膜を用いた着色合わせガラスを提供できる。

【図面の簡単な説明】

【0069】

【図1】表面に底部が連続した溝形状である凹部が等間隔、かつ、隣接する凹部が平行して並列している合わせガラス用中間膜の一例を表す模式図である。

【図2】表面に底部が連続した溝形状である凹部が等間隔、かつ、隣接する凹部が平行して並列している合わせガラス用中間膜の一例を表す模式図である。

【図3】表面に底部が連続した溝形状である凹部が規則的に並列している合わせガラス用中間膜の表面を3次元粗さ測定器にて測定した3次元粗さの画像データである。

10

【発明を実施するための形態】

【0070】

以下に実施例を挙げて本発明の態様を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例にのみ限定されるものではない。

【0071】

(実施例1)

(1)第1の樹脂層用樹脂組成物の調製

平均重合度が1700のポリビニルアルコールをn-ブチルアルデヒドでアセタール化することにより、アセチル基量1モル%、ブチラル基量69モル%、水酸基量30モル%のポリビニルブチラルを得た(以下、「PVB1」ともいう。)。PVB1を100質量部に対して、可塑剤としてトリエチレングリコール-ジ-2-エチルヘキサノエート(3GO)40質量部、着色剤としてカーボンブラックを添加し、ミキシングロールで十分に混練し、第1の樹脂層用樹脂組成物を得た。着色剤の添加量は、第1の樹脂層100質量%中、0.095質量%となる量であり、得られる着色合わせガラス用中間膜全体100質量%中、0.038質量%となる量とした。

20

【0072】

(2)第2の樹脂層用樹脂組成物の調製

PVB1を100質量部に対して、可塑剤としてトリエチレングリコール-ジ-2-エチルヘキサノエート(3GO)40質量部を添加し、ミキシングロールで十分に混練し、第2の樹脂層用樹脂組成物を得た。

30

【0073】

(3)着色合わせガラス用中間膜の作製

得られた第1の樹脂層用樹脂組成物と第2の樹脂層用樹脂組成物を、共押出機を用いて押し出し温度200の条件にて押出すことにより、第1の樹脂層/第2の樹脂層の2層構造の着色合わせガラス用中間膜を得た。

【0074】

得られた着色合わせガラス用中間膜について、上述の方法により、各樹脂層の厚みを測定した。その結果、各樹脂層の厚みは表1のようであった。

【0075】

40

(4)着色合わせガラスの製造

得られた着色合わせガラス用中間膜を、縦5cm×横5cmの一对のJIS R3202(1996)に準拠した2枚のクリアガラス(厚み2.5mm)の間に積層し、積層体を得た。得られた積層体を、真空ラミネーターにて90下、30分保持しつつ真空プレスを行い圧着した。圧着後140、14MPaの条件でオートクレーブを用いて20分間圧着を行い、着色合わせガラスを得た。

【0076】

(実施例2)

実施例1で得られた第1の樹脂層用樹脂組成物と第2の樹脂層用樹脂組成物とを用いて、各樹脂層の厚みが表1記載の値となる、第2の樹脂層/第1の樹脂層/第2の樹脂層の3

50

層構造の着色合わせガラス用中間膜を製造した。合わせガラス用中間膜の製造には、実施例 1 と同様の操作を行った。

【 0 0 7 7 】

(比較例 1)

第 1 の樹脂層用樹脂組成物の調製において、着色剤の添加量を、得られた第 1 の樹脂層 1 0 0 質量 % 中 0 . 2 4 5 質量 % となる量であり、得られる着色合わせガラス用中間膜全体 1 0 0 質量 % 中 0 . 0 3 7 質量 % となる量に変更した。この第 1 の樹脂層用樹脂組成物を用い、実施例 2 と同様にして、各樹脂層の厚みが表 2 記載の値となる 3 層構造の着色合わせガラス用中間膜を製造した。

【 0 0 7 8 】

10

(比較例 2)

第 1 の樹脂層用樹脂組成物の調製において、着色剤の添加量を、得られた第 1 の樹脂層 1 0 0 質量 % 中 0 . 1 6 0 質量 % となる量であり、得られる着色合わせガラス用中間膜全体 1 0 0 質量 % 中 0 . 0 3 8 質量 % となる量に変更した。この第 1 の樹脂層用樹脂組成物を用い、実施例 2 と同様にして、各樹脂層の厚みが表 2 記載の値となる 3 層構造の着色合わせガラス用中間膜を製造した。

【 0 0 7 9 】

(実施例 3)

(1) 第 1 の樹脂層用樹脂組成物の調製

P V B 1 を 1 0 0 質量部に対して、可塑剤として 3 G O を 4 2 質量部、着色剤としてカーボンブラックを得られる第 1 の樹脂層 1 0 0 質量 % 中 0 . 1 7 1 質量 % であり、得られる着色中間膜 1 0 0 質量 % 中 0 . 0 5 8 質量 % となる量を添加し、ミキシングロールで充分に混練し、第 1 の樹脂層用樹脂組成物を得た。

20

【 0 0 8 0 】

(2) 第 2 の樹脂層用樹脂組成物の調製

P V B 1 を 1 0 0 質量部に対して、可塑剤として 3 G O を 3 8 . 5 質量部添加し、ミキシングロールで充分に混練し、第 2 の樹脂層用樹脂組成物を得た。

【 0 0 8 1 】

(3) 着色合わせガラス用中間膜の作製

得られた第 1 の樹脂層用樹脂組成物と第 2 の樹脂層用樹脂組成物を、共押出機を用いて押し出し温度 2 0 0 の条件にて押出すことにより、第 2 の樹脂層 / 第 1 の樹脂層 / 第 2 の樹脂層の 3 層構造の積層体を得た。

30

【 0 0 8 2 】

(4) 凹部の形成

多数の微細な凹部と多数の微細な凸部とが形成された一対のエンボスロールを微細凹凸転写装置として用い、得られた積層体をこのエンボスロールに通し、多数の微細な凹部と多数の微細な凸部とが形成された積層体を得た。

更に一対のエンボスロールを凹凸形状転写装置として用い、得られた多数の微細な凹部と多数の微細な凸部とが形成された積層体をこのエンボスロールに通し、積層体の両面に、底部が連続した溝形状 (刻線状) である凹部が平行して等間隔に形成された、表面粗さ (R z) 3 1 μ m の凹部を付与し、着色合わせガラス用中間膜を得た。上記一対のエンボスロールは、三角形斜線型ミルを用いて表面にミル加工を施した金属ロールと、 4 5 ~ 7 5 の J I S 硬度を有するゴムロールとからなる。

40

なお、上記表面粗さ R z は J I S B - 0 6 0 1 (1 9 9 4) に準拠した方法によって測定した。溝形状 (刻線状) である凹部を形成する際の転写条件として、積層体の温度を 9 5 、ロール温度を 1 3 0 、プレス圧を 5 0 0 k P a とした。

【 0 0 8 3 】

得られた着色合わせガラス用中間膜について、上述の方法により、各樹脂層の厚みを測定した。その結果、各樹脂層の厚みは表 1 のようであった。

【 0 0 8 4 】

50

(5) 着色合わせガラスの製造

得られた着色合わせガラス用中間膜を、縦 5 c m × 横 5 c m の一対の J I S R 3 2 0 2 (1 9 9 6) に準拠した 2 枚のクリアガラス (厚み 2 . 5 m m) の間に積層し、積層体を得た。得られた積層体を、真空ラミネーターにて 9 0 下、3 0 分保持しつつ真空プレスを行い圧着した。圧着後 1 4 0 、1 4 M P a の条件でオートクレーブを用いて 2 0 分間圧着を行い、着色合わせガラスを得た。

【 0 0 8 5 】

(実施例 4 ~ 7 、比較例 3 ~ 6)

可塑剤の量、着色剤の濃度及び各樹脂層の厚みを表 1 及び表 2 に記載の値となるように変更した以外は実施例 3 と同様にして、着色合わせガラス用中間膜及び着色合わせガラスを得た。

10

【 0 0 8 6 】

(実施例 8 、比較例 7)

第 1 の樹脂層に用いる樹脂を P V B 1 からポリビニルブチラール 2 (以下、「P V B 2 」ともいう。) に変更し、更に、可塑剤の量、着色剤の濃度及び各樹脂層の厚みを表 1 及び表 2 に記載の値となるように変更した以外は実施例 3 と同様にして、着色合わせガラス用中間膜及び着色合わせガラスを得た。

P V B 2 は、平均重合度が 2 3 0 0 のポリビニルアルコールを n - ブチルアルデヒドでアセタール化することにより得たものであり、アセチル基量 1 2 モル %、ブチラール基量 6 6 モル %、水酸基量 2 2 モル % である。

20

【 0 0 8 7 】

(評価)

実施例及び比較例で得られた合わせガラス用中間膜について、以下の方法により評価を行った。結果を表 1 及び表 2 に示した。

【 0 0 8 8 】

(可視光線透過率の測定)

得られた合わせガラスの任意の 2 0 箇所について、分光光度計 (日立ハイテク社製、「U - 4 1 0 0 」) を用いて、J I S R 3 1 0 6 (1 9 9 8) に準拠して、得られた合わせガラスの波長 3 8 0 ~ 7 8 0 n m における可視光線透過率を測定した。測定した可視光線透過率の 2 0 点の平均値と標準偏差を求め、標準偏差を可視光線透過率の平均値で割り、1 0 0 倍した値 (標準偏差 / 可視光線透過率の平均値 × 1 0 0) を C V 値として算出した。なお、実施例及び比較例で用いたクリアガラスの可視光線透過率を測定したところ、9 0 . 5 % であった。

30

【 0 0 8 9 】

【表 1】

樹脂組成物	第1の樹脂層	樹脂	種類	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8
				PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB2
樹脂組成物	第1の樹脂層	樹脂	質量部	100	100	100	100	100	100	100	100
			種類	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO
		可塑剤	質量部	40	40	42	42	42	40	38.5	60
			種類	カーボンブラック	カーボンブラック	カーボンブラック	カーボンブラック	カーボンブラック	カーボンブラック	カーボンブラック	カーボンブラック
	第2の樹脂層	着色剤	質量%	0.095	0.095	0.171	0.193	0.150	0.171	0.085	0.289
			種類	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1
		樹脂	質量部	100	100	100	100	100	100	100	100
			種類	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO
		可塑剤	質量部	40	40	38.5	38.5	38.5	40	42	38
			質量%	0.095	0.095	0.171	0.193	0.150	0.171	0.085	0.289
着色合わせガラス用中間膜	第2の樹脂層	樹脂	質量部	500	260	175	186	170	174	115	347
			種類	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm
		可塑剤	質量%	0.095	0.095	0.171	0.193	0.150	0.171	0.085	0.289
			種類	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1
	第1の樹脂層	樹脂	質量部	100	100	100	100	100	100	100	100
			種類	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO
		可塑剤	質量部	40	40	38.5	38.5	38.5	40	42	38
			質量%	0.095	0.095	0.171	0.193	0.150	0.171	0.085	0.289
	第2の樹脂層	樹脂	質量部	500	260	175	186	170	174	115	347
			種類	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm
評価	中間膜全体	樹脂	質量部	500	260	175	186	170	174	115	347
			種類	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm
		可塑剤	質量%	0.095	0.095	0.171	0.193	0.150	0.171	0.085	0.289
			種類	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1
	中間膜全体	樹脂	質量部	500	260	175	186	170	174	115	347
			種類	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm
		可塑剤	質量%	0.095	0.095	0.171	0.193	0.150	0.171	0.085	0.289
			種類	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1
	中間膜全体	樹脂	質量部	500	260	175	186	170	174	115	347
			種類	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm	μm
		可塑剤	質量%	0.095	0.095	0.171	0.193	0.150	0.171	0.085	0.289
			種類	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1

【0090】

【表 2】

樹脂組成物	第1の樹脂層	樹脂	種類	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6	比較例7
				PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB2
			質量部	100	100	100	100	100	100	100
			種類	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO
			質量部	40	40	42	42	42	40	60
			種類	カーボンブラック	カーボンブラック	カーボンブラック	カーボンブラック	カーボンブラック	カーボンブラック	カーボンブラック
			質量%	0.245	0.160	0.171	0.193	0.150	0.171	0.289
			種類	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1	PVB1
			質量部	100	100	100	100	100	100	100
			種類	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO	3GO
			質量部	40	40	38.5	38.5	38.5	40	38
			t_{2max}	355	335	181	191	176	179	356
			t_{2min}	300	280	143	152	142	146	313
			Δt_2	55	55	38	39	34	33	43
			平均厚み	325	300	165	170	160	165	330
			t_{1max}	150	220	201	173	203	198	119
			t_{1min}	85	150	148	124	149	142	87
			Δt_1	65	70	53	49	54	56	32
			平均厚み	115	180	170	150	170	170	100
			t_{2max}	345	310	183	205	193	181	356
			t_{2min}	300	270	147	169	150	141	315
			Δt_2	45	40	36	36	43	40	41
			平均厚み	320	290	165	180	170	165	330
			中間膜全体	0.037	0.038	0.058	0.058	0.051	0.058	0.038
			着色剤	0.57	0.39	0.31	0.33	0.32	0.33	0.32
			$\Delta t_1/t_1$ 平均	2.35	2.12	1.63	1.53	4.78	1.65	1.55
			可視光透過率 T_v の平均値(%)	44.6	37.3	34	29	12	36	34.5
			可視光透過率 T_v のCV値(%)							
			評価							

【産業上の利用可能性】

【0091】

本発明によれば、JIS R3202(1996)に準拠した2枚のクリアガラスを用いて合わせガラスを作製した際に、可視光線透過率 T_v が5%以下でありながら、部位による可視光線透過率のばらつきが小さく、美観に優れる着色合わせガラス用中間膜、及び、該着色合わせガラス用中間膜を用いた着色合わせガラスを提供できる。

10

20

30

40

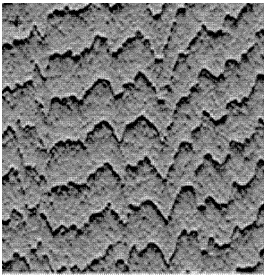
【図 1】



【図 2】



【図 3】



フロントページの続き

(72)発明者 野原 敦

日本国滋賀県甲賀市水口町泉 1 2 5 9 積水化学工業株式会社内

審査官 長谷川 真一

(56)参考文献 特開 2 0 0 7 - 0 5 5 8 2 2 (J P , A)

特開平 1 - 2 1 5 6 2 1 (J P , A)

特開平 7 - 0 6 2 1 8 9 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C 0 3 C 2 7 / 1 2

B 3 2 B 1 / 0 0 - 4 3 / 0 0

B 6 0 J 1 / 0 0

C 0 8 L 2 9 / 1 4