

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 378 729**

51 Int. Cl.:
B32B 27/08 (2006.01)
B32B 27/40 (2006.01)
B32B 27/18 (2006.01)
C08G 18/66 (2006.01)
C08K 3/00 (2006.01)
C08K 5/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08866707 .6**
96 Fecha de presentación: **22.12.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2227391**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **15.09.2010**

54 Título: **Hoja multicapa transparente que tiene propiedades de disipación electrostática**

30 Prioridad:
26.12.2007 KR 20070137676

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
17.04.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
17.04.2012

73 Titular/es:
**LUBRIZOL ADVANCED MATERIALS, INC.
9911 BRECKSVILLE ROAD
CLEVELAND, OH 44141-3247, US**

72 Inventor/es:
**LEE, Hwa Yong;
LEE, Tae Woong;
KIM, Dong Sik;
KIM, Nam Jung y
KIM, Young Woo**

74 Agente/Representante:
Ungría López, Javier

ES 2 378 729 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

Hoja multicapa transparente que tiene propiedades de disipación electrostática

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a una hoja multicapa transparente, y más particularmente a una hoja multicapa transparente que es excelente en propiedades antiestáticas, además de transparencia.

10 Técnica anterior

La carga estática se genera y se acumula en la mayoría de las superficies de plástico. Como los materiales de plástico tienen una baja conductividad, tienen una fuerte tendencia a acumular carga estática sobre ellos, que produce diversos problemas con el procesamiento y el uso de plásticos. Por ejemplo, si una película está hecha de un material de plástico que tiene una baja conductividad, no sólo la carga estática conduce a la fuerte adhesión entre las películas resultantes y, por tanto, hace que sea difícil realizar los siguientes procedimientos, sino que también la comercialización de la película es reducida debido a polvos, etc., que se pegan a la misma. En particular, como muchas partes usadas en la industria eléctrica/electrónica pueden dañarse por incluso una cantidad muy pequeña de carga estática, la cosa más importante en el procedimiento de almacenamiento, transporte y montaje de tales partes es ajustar la generación y disipación de carga estática.

Se ha desarrollado una variedad de materiales de disipación electrostática para suprimir la generación y acumulación de carga estática. Por ejemplo, durante mucho tiempo se ha usado un procedimiento de obtención de propiedades de disipación electrostática añadiendo un agente antiestático en forma de un catión o anión de bajo peso molecular a diversos materiales de polímero. Sin embargo, un agente antiestático de bajo peso molecular tiene un problema porque se daña bajo condiciones de alta temperatura para el procesamiento de resinas de polímero debido a su baja resistencia térmica y, por consiguiente, se deterioran las propiedades de disipación electrostática. Por tanto, si un agente antiestático de bajo peso molecular tiene escasa compatibilidad con una resina de polímero, hay un problema porque las propiedades de disipación electrostática se deterioran a medida que pasa el tiempo debido a que el agente antiestático de bajo peso molecular se eluye sobre la superficie. Como otra forma para suprimir la generación y acumulación de carga estática se ha desarrollado un procedimiento en el que un polímero inherentemente conductor (ICP) se disuelve junto con un material aglutinante en un disolvente y luego se recubre una superficie de plástico con la disolución resultante. Sin embargo, este procedimiento tiene un problema porque no sólo la conductividad se pierde fácilmente debido a que un ICP recubierto sobre una superficie de plástico se desprende fácilmente de la misma, sino también porque el ICP tiene un espesor muy delgado de aproximadamente varias decenas de micrómetros y, por tanto, la superficie de recubrimiento se rompe durante el termoconformado, etc., para generar un punto caliente en el que se acumula la carga estática. Como todavía otra forma para suprimir la generación y acumulación de carga estática hay un procedimiento de mezclar una carga orgánica o inorgánica, tal como un metal o negro de carbono, con una resina de polímero para preparar una composición de resina de material compuesto de polímero, pero este procedimiento también tiene un problema porque debe usarse un exceso de carga (superior al 10% en peso basado en el peso total de una resina de polímero) para obtener propiedades de disipación electrostática suficientes, que conduce al deterioro de las propiedades mecánicas de una composición de resina de material compuesto de polímero, tal como la resistencia al impacto. En particular, si una composición de resina de material compuesto de polímero que contiene negro de carbono se usa para un recipiente de envase y similares, el negro de carbono se eluye para contaminar la superficie de un producto en el recipiente de envase.

Para resolver los problemas anteriores también se ha desarrollado un procedimiento de mezclar un polímero inherentemente disipativo (IDP) con otra resina, pero este procedimiento tiene un inconveniente porque la transparencia de la resina de material compuesto se deteriora debido a una diferencia en el índice de refracción entre un IDP y otra resina y, por tanto, el procedimiento es difícil de aplicar a usos que requieran transparencia.

El documento WO 02/092341 describe una hoja multicapa transparente que tiene propiedades de disipación electrostática en la que la hoja comprende una capa superficial que comprende un poliuretano termoplástico conductor que tiene unidades derivadas de polietilenglicol y una capa trasera unida a la capa superficial y que comprende una resina de polímero no conductor transparente.

El documento JP 2007 320093 describe una hoja multicapa transparente que tiene propiedades de disipación electrostática en la que la hoja comprende una capa superficial que comprende un poliuretano o poliurea termoplástico conductor (que tiene, por ejemplo, una unidad derivada de polietilenglicol) y una capa trasera unida a la capa superficial y que comprende una resina de polímero no conductor transparente.

60 Divulgación de la invención

Problema técnico

65 Por consiguiente, un objeto de la presente invención es proporcionar una hoja multicapa transparente que sea excelente en propiedades antiestáticas, además de transparencia.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar una hoja multicapa transparente en la que haya poco temor de elución de un agente antiestático debido a que no se usa un agente antiestático de bajo peso molecular, y que haya poco temor de desprendimiento entre una capa de polímero conductor y una capa de polímero no conductor debido a que la compatibilidad entre ellas es excelente.

5

Solución técnica

Con el fin de realizar estos objetos, según un aspecto de la presente invención se proporciona una hoja multicapa transparente que tiene propiedades de disipación electrostática, comprendiendo la hoja:

10

una capa superficial constituida por una resina de poliuretano o de poliurea termoplástico conductor en la que la resina de poliuretano o de poliurea comprende un producto de reacción de la polimerización de (a) polietilenglicol; (b) un compuesto de diisocianato aromático o alifático; y (c) un extensor de cadena C2 a C10 que contiene un grupo hidroxilo primario o un grupo amina; y

15

una capa trasera unida a la capa superficial en la que dicha capa trasera consiste en una resina de polímero no conductor transparente;

en la que la capa superficial tiene un espesor de 0,05 a 3 mm y la capa trasera tiene un espesor de 0,05 a 10 mm.

20

Preferentemente, la resina de poliuretano o de poliurea comprende un producto de polimerización de (a) un polímero basado en poliéter que contiene óxido de etileno y que reacciona con un grupo isocianato; (b) un compuesto de diisocianato aromático o alifático; y (c) un extensor de cadena C2 a C10 que contiene un grupo hidroxilo primario o un grupo amina, y la resina de polímero no conductor transparente se selecciona del grupo que consiste en poli(tereftalato de etileno), poli(tereftalato de etileno) modificado con glicol, poli(tereftalato de ciclohexano) modificado con glicol, poli(metacrilato de metilo), policarbonato, acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) transparente y mezclas de los mismos. Por tanto, se prefiere que la capa superficial tenga un espesor de 0,05 a 3 mm, y la capa trasera tenga un espesor de 0,05 a 10 mm. Preferentemente, la hoja multicapa transparente está en forma de la capa trasera con la capa superficial unida a cualquier cara de la misma, respectivamente.

25

Realizaciones preferidas de la invención son evidentes de las reivindicaciones dependientes.

30

Efectos ventajosos

La hoja multicapa transparente según la presente invención tiene no sólo transparencia superior, sino también propiedades de disipación electrostática permanentes y destacadas. Por tanto, la hoja multicapa transparente de la presente invención tiene buena compatibilidad entre una capa de polímero conductor y una capa de polímero no conductor, produciendo un desprendimiento reducido entre ellas.

35

Modo para la invención

Ahora se hará referencia en detalle a la presente invención.

40

El poliuretano o poliurea que constituye la capa superficial de la hoja multicapa transparente según la presente invención es una resina que tiene propiedades de disipación electrostática semipermanentes, es decir, una resina de polímero inherentemente disipativo (IDP) y comprende un producto de polimerización de (a) un polímero basado en poliéter que contiene óxido de etileno y que reacciona con un grupo isocianato; (b) un compuesto de diisocianato aromático o alifático; y (c) un extensor de cadena C2 a C10 que contiene un grupo hidroxilo primario o un grupo amina. El polímero basado en poliéter mencionado anteriormente en (a) tiene un esqueleto que contiene un grupo óxido de etileno, y ambos grupos terminales que comprenden alcohol (-OH) o amina (-NH₂) pueden reaccionar con diisocianato. Como polímero basado en poliéter puede usarse un polímero lineal, en forma de un homopolímero, cuyo esqueleto sólo comprende óxido de etileno, un polímero lineal en forma de un copolímero cuyo esqueleto comprende un monómero de óxido de etileno y otros tipos de monómeros, o mezclas de los mismos. Los otros tipos de monómeros copolimerizables con óxido de etileno incluyen óxido de 1,2-propileno, óxido de 1,3-propileno, epíclorhidrina, óxido de 1,2-butileno, óxido de 1,3-butileno, óxido de estireno, éter alilglicídílico, n-butilglicídílico, acrilato de glicidilo, metacrilato de glicidilo, éter 2-etilhexilglicídílico, mezclas de los mismos y similares. El polímero basado en poliéter tiene un peso molecular promedio en número (Mn) de 500 a 10.000, preferentemente de 600 a 4.000, y más preferentemente de 1.000 a 2.000. Si el polímero basado en poliéter tiene un peso molecular promedio en número inferior a 500, se deterioran las propiedades de disipación electrostática de una resina polimerizada. Por el contrario, si el polímero basado en poliéter tiene un peso molecular promedio en número superior a 10.000, puede haber dificultades en la polimerización del poliuretano. Por tanto, si un monómero de óxido de etileno y tipos de éter de monómeros forman un copolímero, se desea que el monómero de óxido de etileno esté contenido en una cantidad del 10% por mol o más, por ejemplo, 10 al 80% por mol, preferentemente 30% por mol o más, y más preferentemente del 50% por mol o más, basado en un total de los monómeros. Si el contenido del monómero de óxido de etileno es demasiado pequeño, entonces hay un temor de que se deteriore la conductividad de la resina de polímero. Por el contrario, si el contenido del monómero de óxido de etileno es demasiado grande, entonces hay un temor de que no pueda obtenerse suficientemente el efecto de la adición de otros tipos de monómeros sobre las propiedades físicas. Como el grupo polar óxido de etileno del polímero basado en poliéter puede formar un polímero

65

hidrófilo, el polímero basado en poliéter tiene conductividad semipermanente y eléctrica superior.

Ejemplos específicos del compuesto de diisocianato aromático o alifático mencionado anteriormente en (b) incluyen isocianatos aromáticos tales como 1,6-hexametilendiisocianato (HDI), 4,4-diciclohexilmetanodiisocianato (H₁₂MDI), 3-isocianatometil-3,5,5-trimetilciclohexilisocianato (IPDI), 1,4-ciclohexildiisocianato (CHDI) y 2,2,4-trimetilhexametildiisocianato (TMDI); e isocianatos alifáticos tales como 1,4-fenildiisocianato, 2,4-toluenodiisocianato, 2,6-toluenodiisocianato y mezclas de los mismos; 2,2'-metilendifenildiisocianato, 2,4'-metilendifenildiisocianato, 4,4'-metilendifenildiisocianato y mezclas de los mismos; y naftalendiisocianato, pudiendo todos usarse solos o en combinación con otros. Se prefiere usar 4,4'-metilendifenildiisocianato o 1,6-hexametilendiisocianato (HDI) como compuesto de diisocianato.

El extensor de cadena mencionado anteriormente en (c), un material para extender la cadena principal de la resina de polímero, es un compuesto que tiene 2 a 10 átomos de carbono y contiene un grupo hidroxilo primario o un grupo amina en ambos grupos terminales del mismo. Ejemplos del extensor de cadena incluyen dioles tales como etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,10-decanodiol, 2,2-dimetil-1,3-propanodiol, 1,4-ciclohexanodimetanol, éter bis(2-hidroxietílico) de hidroquinona, 1,6-hexanodiol y neopentilglicol; y diaminas tales como 1,2-propilendiamina, 1,3-propilendiamina, isofofordiamina, etilendiamina, N-metilpropileno-1,3-diamina y N,N'-dimetilendiamina, pudiendo todos usarse solos o en combinación con otros. Se prefiere usar 1,4-butanodiol como extensor de cadena. El extensor de cadena se usa en una cantidad de 0,1 moles a 30 moles, preferentemente de 0,1 moles a 10 moles, y más preferentemente de 0,1 moles a 5 moles, basado en 1 mol del polímero basado en poliéter. Por tanto, el compuesto de diisocianato está contenido en una cantidad de 0,90 moles a 1,10 moles, preferentemente de 0,92 moles a 1,05 moles, y más preferentemente de 0,90 moles a 1,02 moles, basado en 1,1 moles de un total del extensor de cadena y el polímero basado en poliéter (es decir, extensor de cadena + polímero basado en poliéter). Con respecto a esto, si el contenido de extensor de cadena y diisocianato está fuera de los intervalos anteriores, entonces hay un temor de que se deterioren las propiedades del polímero preparado, o la polimerización del polímero no se consiga apropiadamente.

La resina de polímero inherentemente disipativo (IDP) puede prepararse por un procedimiento de polimerización de poliuretano o poliurea típico. Por ejemplo, puede prepararse por un procedimiento de polimerización de un solo paso en el que el polímero basado en poliéter que contiene óxido de etileno, el compuesto de diisocianato y el extensor de cadena se hacen reaccionar simultáneamente entre sí, o puede prepararse mezclando el polímero basado en poliéter con el extensor de cadena y luego haciendo reaccionar la mezcla con el compuesto de diisocianato. Si fuera necesario, es posible preparar la resina de IDP, es decir, poliuretano o poliurea, haciendo reaccionar el polímero basado en poliéter con el diisocianato para obtener un prepolímero y luego hacer reaccionar el prepolímero obtenido con el extensor de cadena.

Por tanto, con el fin de potenciar las propiedades de disipación electrostática (conductividad) de la resina de polímero, la resina de IDP puede incluir adicionalmente un potenciador de las propiedades de disipación electrostática en forma de una sal inorgánica u orgánica en una cantidad de 0,1 a 20 partes en peso, basadas en 100 partes en peso de un total del polímero basado en poliéter, el compuesto de diisocianato y el extensor de cadena. El potenciador de las propiedades de disipación electrostática puede dispersarse en el esqueleto de la resina de polímero añadiéndose durante la polimerización de la resina de polímero o fijándose físicamente con la resina de polímero polimerizada. Con respecto a esto, si el potenciador de las propiedades de disipación electrostática en forma de una sal inorgánica u orgánica se usa en una cantidad inferior a 0,1 partes en peso, basadas en 100 partes en peso de una cantidad de uso total del polímero basado en poliéter, el compuesto de diisocianato y el extensor de cadena, entonces el efecto de potenciación de las propiedades de disipación electrostática o conductividad es insignificante. Por el contrario, si el potenciador de las propiedades de disipación electrostática se usa en una cantidad superior a 20 partes en peso, entonces no sólo es insignificante un aumento en el efecto de potenciación de las propiedades de disipación electrostática o conductividad, sino que también aumenta el coste de producto y las propiedades mecánicas de la resina pueden disminuir a medida que el potenciador de las propiedades de disipación electrostática se usa en exceso.

Ejemplos del potenciador de las propiedades de disipación electrostática en forma de una sal inorgánica incluyen perclorato de litio (LiClO₄), hexafluorofosfato de litio (LiPF₆), hexafluoroarseniato de litio (LiAsF₆), yoduro de litio (LiI), bromuro de litio (LiBr), tiocianato de litio (LiSCN), nitrato de litio (LiNO₃), sulfuro de litio (Li₂S), tris(trifluorometilsulfonil)metida de litio (LiC(SO₂CF₃)₃), sal de litio de ácido trifluorometanosulfónico (LiSO₃CF₃), (bis)trifluorometanosulfonimida de litio (LiN(SO₂CF₃)₂), (bis)perfluoroetanosulfonamida de litio (LiN(SO₂C₂F₅)₂), ácido 5-litiosulfosulfónico, sal de litio de ácido 3,5-diiodo-2-hidroxibenzoico, sal de litio de ácido 3,5-diiodosalicílico, sal hidratada de litio de ácido beta-hidroxipirúvico, sal de dilitio de fosfato de carbamoilo, sal de litio de ácido p-toluenosulfónico, sal de litio de poli(etileno-co-ácido metacrílico), sal anhidra de litio de ácido tolueno-4-sulfónico, etc., pudiendo todos usarse solos o en combinación con otros. Es preferible usar (bis)trifluorometanosulfonimida de litio (LiN(SO₂CF₃)₂) o (bis)perfluoroetanosulfonamida de litio (LiN(SO₂C₂F₅)₂).

Una sal iónica que comprende un catión de nitrógeno y un anión coordinado con el mismo puede usarse como potenciador de las propiedades de disipación electrostática en forma de una sal orgánica. Ejemplos del catión de nitrógeno incluyen piridinio, piridazinio, pirimidinio, pirazinio, imidazolio, pirazolio, tiazolio, oxazolio, triazolio, etc., pudiendo todos usarse solos o en combinación con otros. Es preferible usar imidazolio. Ejemplos del anión débilmente coordinado con el catión de nitrógeno incluyen aniones inorgánicos tales como Cl^- , Br^- , F^- , HSO_4^- , H_2PO_4^- , NO_3^- , ClO_4^- , BF_4^- , PF_6^- , SbF_6^- , AsF_6^- , alcanosulfonatos, arilsulfonatos y alcarilsulfonatos; y aniones fluoroorgánicos tales como perfluoroalcanosulfonatos, cianoperfluoroalcanosulfonilamidas, bis(ciano)fluoroalcanosulfonilmetidas, bis(perfluoroalcanosulfonil)imididas, bis(perfluoroalcanosulfonil)metidas y tris(perfluoroalcanosulfonil)metidas, pudiendo todos usarse solos o en combinación con otros. Es preferible usar un anión fluoroorgánico. La fijación física usando diversos tipos de mezcladoras tales como una extrusora de husillo, o la adición durante la polimerización de la resina, pueden usarse como procedimiento de dispersión del potenciador de las propiedades de disipación electrostática en forma de una sal inorgánica u orgánica en la resina de polímero.

La resina de polímero que constituye la capa trasera de la hoja multicapa transparente según la presente invención es una propiedad transparente, pero no tiene propiedad de disipación electrostática (es decir, no conductora). Ejemplos de esta resina de polímero no conductor transparente incluyen poli(tereftalato de etileno) (PET), poli(tereftalato de etileno) modificado con glicol (PETG), poli(tereftalato de ciclohexano) modificado con glicol (PCTG), poli(metacrilato de metilo) (PMMA), policarbonato (PC), acrilonitrilo-butadieno-estireno transparente (ABS transparente), etc., pudiendo todos usarse solos o en combinación con otros.

La hoja multicapa transparente según la presente invención puede fabricarse por diversos procedimientos típicos, y puede fabricarse a modo de ejemplo por coextrusión usando una extrusora principal y una co-extrusora. La hoja multicapa transparente según la presente invención puede tomar diversas formas, por ejemplo, una forma en la que la capa superficial y la capa trasera están unidas entre sí, una forma en la que la capa superficial está unida sobre cualquier cara de la capa trasera respectivamente (es decir, una estructura de capa superficial-capa trasera (capa intermedia)-capa superficial), etc. El espesor global de la hoja multicapa transparente según la presente invención puede variar según sus usos, pero generalmente oscila de 0,5 a 10 mm, y preferentemente de 1 a 8 mm. El espesor de la capa superficial oscila de 0,05 a 3 mm, preferentemente de 0,1 a 2 mm, y más preferentemente de 0,2 a 1 mm. Por tanto, el espesor de la capa trasera o capa intermedia oscila de 0,05 a 10 mm, preferentemente de 0,1 a 8 mm, y más preferentemente de 1 a 6 mm. Con respecto a esto, si los espesores de las capas superficiales y traseras están fuera de los intervalos anteriores, hay un temor de que sea imposible mejorar la transparencia y las propiedades antiestáticas de la hoja al mismo tiempo, o de que se deterioren las propiedades físicas de la hoja. La hoja multicapa transparente según la presente invención puede usarse como un material de envase para partes eléctricas/electrónicas que requieren transparencia y son sensibles a la electricidad estática y como panel para una sala limpia de una planta semiconductor.

En lo sucesivo, la presente invención se describirá en detalle a modo de realizaciones preferidas de la presente invención y ejemplos comparativos.

40 Ejemplo comparativo 1: Polimerización de poliuretano

Se dispusieron 62,9% en peso de poli(butilenadipato)glicol (PBA) que tenía un peso molecular promedio en número de 1000, 31,5% en peso de 4,4-metilenbis(fenilisocianato) (MDI) y 5,6% en peso de 1,4-butanodiol en una extrusora de reacción continua (extrusora biaxial Werner & Pfleiderer ZSK 58) con un bloque de amasado correspondiente al 30% de la longitud del husillo global, y luego se polimerizó una resina de poliuretano termoplástico a 190 a 220°C. El husillo giró a 30 rpm durante la polimerización y se usaron 150 ppm de dilaurato de dibutilestano como catalizador. La resina de poliuretano polimerizado en la extrusora de reacción continua se formó en pellas usando un peletizador, y las pellas formadas se secaron a 70°C durante 5 horas usando un secador deshumidificante (Conair SC60, punto de rocío del aire de entrada = -50°C). Después de que las pellas formadas de esta forma se moldearan en un espécimen cuadrangular (150 mm x 150 mm x 2 mm) usando una máquina de moldeo por inyección, el espécimen se dejó en condiciones de una temperatura de $23 \pm 1^\circ\text{C}$ y una humedad relativa del $50 \pm 15\%$ durante 24 horas y luego se sometió a medición de la resistividad superficial por un resistímetro según la norma ASTM D-257, cuyos resultados se muestran más adelante en la Tabla 1.

55 Ejemplo comparativo 2: Polimerización de poliuretano

Se preparó un espécimen y luego se sometió a medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 1, excepto que se usaron 60,9% en peso de politetrametilenglicol (PTMG) que tenía un peso molecular promedio en número de 1000, 32,8% en peso de 4,4-metilenbis(fenilisocianato) (MDI) y 6,3% en peso de 1,4-butanodiol. El resultado de la medición se muestra más adelante en la Tabla 1.

Ejemplo de preparación 1: Polimerización de poliuretano

Se preparó un espécimen y luego se sometió a medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 1, excepto que se usaron 64,3% en peso de polietilenglicol (PEG) que tenía un peso molecular promedio en número de 1500, 29,4% en peso de 4,4-metilenbis(fenilisocianato) (MDI) y 6,3% en

peso de 1,4-butanodiol. El resultado de la medición se muestra más adelante en la Tabla 1.

Ejemplo de preparación 2: Polimerización de poliuretano

5 Se preparó un espécimen y luego se sometió a medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 1, excepto que se usaron 64,0% en peso de polietilenglicol (PEG) que tenía un peso molecular promedio en número de 1500, 25,9% en peso de hexametilendiisocianato (HDI) y 10,1% en peso de 1,4-butanodiol. El resultado de la medición se muestra más adelante en la Tabla 1.

10 Ejemplo de preparación 3: Polimerización de poliuretano

Se preparó un espécimen y luego se sometió a medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 1, excepto que se usaron (A) 64,3% en peso de polietilenglicol (PEG) que tenía un peso molecular promedio en número de 1500, (B) 29,4% en peso de 4,4-metilenbis(fenilisocianato) (MDI) y (C) 6,3% en peso de 1,4-butanodiol, y se añadió (bis)perfluoroetanosulfonimida de litio (LiN(SO₂C₂F₅)₂) en una cantidad de 2,5 partes en peso, basadas en 100 partes de un total de los compuestos anteriores (A+B+C). El resultado de la medición se muestra más adelante en la Tabla 1.

20 Ejemplo de preparación 4: Polimerización de poliuretano

Se preparó un espécimen y luego se sometió a medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 1, excepto que se usaron (A) 64,0% en peso de polietilenglicol (PEG) que tenía un peso molecular promedio en número de 1500, (B) 25,9% en peso de hexametilendiisocianato (HDI) y (C) 10,1% en peso de 1,4-butanodiol, y se añadió (bis)perfluoroetanosulfonimida de litio (LiN(SO₂C₂F₅)₂) en una cantidad de 1,0 parte en peso, basada en 100 partes de un total de los compuestos anteriores (A+B+C). El resultado de la medición se muestra más adelante en la Tabla 1.

Ejemplo de preparación 5: Polimerización de poliuretano

30 Se preparó un espécimen y luego se sometió a medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 1, excepto que se usaron (A) 78,2% en peso de polietilenglicol (PEG) que tenía un peso molecular promedio en número de 1500, (B) 18,3% en peso de hexametilendiisocianato (HDI) y (C) 10,1% en peso de etilenglicol, y se añadió una sal orgánica que comprendía un catión basado en imidazolio y un anión basado en (bis)perfluoroetanosulfonimida (N(SO₂C₂F₅)₂) en una cantidad de 2,0 partes en peso, basadas en 100 partes de un total de los compuestos anteriores (A+B+C). El resultado de la medición se muestra a continuación en la Tabla 1.

Tabla 1

	Ej. comp. 1	Ej. comp. 2	Ej. de prep. 1	Ej. de prep. 2	Ej. de prep. 3	Ej. de prep. 4	Ej. de prep. 5
PBA, Mw=1000	62,9	-	-	-	-	-	-
PTMG, Mw=1000	-	60,9	-	-	-	-	-
PEG, Mw+1500	-	-	64,3	64,0	64,3	64,0	78,2
MDI	31,5	32,8	29,4	-	29,4	-	-
HDI	-	-	-	25,9	-	25,9	18,3
1,4-Butanodiol	5,6	6,3	6,3	10,1	6,3	10,1	-
Etilenglicol,	-	-	-	-	-	-	3,5
LiN(SO ₂ C ₂ F ₅) ₂	-	-	-	-	2,5	1,0	-
Imidazolio + N(SO ₂ C ₂ F ₅) ₂	-	-	-	-	-	-	2,0
Resistividad superficial (Ω/sq.)	3,2 E13	1,8 E13	2,4 E11	6,1 E9	5,4 E7	2,7 E7	7,5 E7

40 De la Tabla 1 puede observarse que las resinas de poliuretano termoplástico preparadas usando polietilenglicol en los Ejemplos de preparación 1 a 5 presentan menor resistividad superficial que las preparadas usando poli(butilenadipato)glicol (Ejemplo comparativo 1) o politetrametilenglicol (Ejemplo comparativo 2) y, por tanto, son excelentes en propiedades antiestáticas. En particular, puede confirmarse que las propiedades eléctricas del

poliuretano son extraordinariamente mejoradas cuando en su interior está contenida una sal de litio tal como (bis)perfluoroetanosulfonimida de litio o sal orgánica basada en imidazolio.

Ejemplo comparativo 3: Fabricación de hoja que tiene estructura tricapa

5 Se fabricó una hoja transparente que tenía una estructura tricapa en la que la resina de poliuretano termoplástico en el Ejemplo comparativo 1 constituyó la capa superficial en cualquier cara de la hoja y una resina de poli(tereftalato de etileno) modificado con glicol (PETG) constituyó la capa intermedia usando una extrusora de hojas con una co-extrusora. El espesor global de la hoja tricapa transparente fue aproximadamente 3 mm, el espesor de la resina de poliuretano que constituyó cada capa superficial fue aproximadamente 0,3 mm y el espesor de la resina de poli(tereftalato de etileno) modificado con glicol que constituyó la capa intermedia fue aproximadamente 2,4 mm. Usando la hoja fabricada de esta forma se preparó un espécimen cuadrangular (50 mm x 50 mm x 3 mm) y luego se sometió a medición de transmitancia luminosa por un nefelómetro según la norma ASTM D-1003. Por tanto, después de prepararse otro espécimen cuadrangular (150 mm x 150 mm x 3 mm), el espécimen se dejó en condiciones de una temperatura de $23 \pm 1^\circ\text{C}$ y una humedad relativa del $50 \pm 15\%$ durante 24 horas y luego se sometió a medición de la resistividad superficial por un resistímetro según la norma ASTM D-257. Los resultados de la medición anterior se muestran más adelante en la Tabla 2.

Ejemplo comparativo 4: Fabricación de hoja que tiene estructura tricapa

20 Se prepararon especímenes y luego se sometieron a medición de transmitancia luminosa y medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 3, excepto que la resina de poliuretano termoplástico en el Ejemplo comparativo 2 constituyó la capa superficial y una resina de poli(tereftalato de etileno) modificado con glicol constituyó la capa intermedia. Los resultados de la medición se muestran más adelante en la Tabla 2.

Ejemplo 1: Fabricación de hoja que tiene estructura tricapa

30 Se prepararon especímenes y luego se sometieron a medición de transmitancia luminosa y medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 3, excepto que la resina de poliuretano termoplástico en el Ejemplo de preparación 1 constituyó la capa superficial y una resina de poli(tereftalato de etileno) modificado con glicol constituyó la capa intermedia. Los resultados de la medición se muestran más adelante en la Tabla 2.

Ejemplo 2: Fabricación de hoja que tiene estructura tricapa

35 Se prepararon especímenes y luego se sometieron a medición de transmitancia luminosa y medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 3, excepto que la resina de poliuretano termoplástico en el Ejemplo de preparación 2 constituyó la capa superficial y una resina de poli(tereftalato de etileno) modificado con glicol constituyó la capa intermedia. Los resultados de la medición se muestran más adelante en la Tabla 2.

Ejemplo 3: Fabricación de hoja que tiene estructura tricapa

45 Se prepararon especímenes y luego se sometieron a medición de transmitancia luminosa y medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 3, excepto que la resina de poliuretano termoplástico en el Ejemplo de preparación 3 constituyó la capa superficial y una resina de poli(tereftalato de etileno) modificado con glicol constituyó la capa intermedia. Los resultados de la medición se muestran más adelante en la Tabla 2.

Ejemplo 4: Fabricación de hoja que tiene estructura tricapa

50 Se prepararon especímenes y luego se sometieron a medición de transmitancia luminosa y medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 3, excepto que la resina de poliuretano termoplástico en el Ejemplo de preparación 4 constituyó la capa superficial y una resina de poli(tereftalato de etileno) modificado con glicol constituyó la capa intermedia. Los resultados de la medición se muestran más adelante en la Tabla 2.

Ejemplo 5: Fabricación de hoja que tiene estructura tricapa

60 Se prepararon especímenes y luego se sometieron a medición de transmitancia luminosa y medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 3, excepto que la resina de poliuretano termoplástico en el Ejemplo de preparación 5 constituyó la capa superficial y una resina de poli(tereftalato de etileno) modificado con glicol constituyó la capa intermedia. Los resultados de la medición se muestran más adelante en la Tabla 2.

65

Ejemplo 6: Fabricación de hoja que tiene estructura tricapa

5 Se prepararon especímenes y luego se sometieron a medición de transmitancia luminosa y medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 3, excepto que la resina de poliuretano termoplástico en el Ejemplo de preparación 3 constituyó la capa superficial y una resina de poli(tereftalato de ciclohexano) modificado con glicol (PCTG) constituyó la capa intermedia. Los resultados de la medición se muestran más adelante en la Tabla 2.

Ejemplo 7: Fabricación de hoja que tiene estructura tricapa

10 Se prepararon especímenes y luego se sometieron a medición de transmitancia luminosa y medición de la resistividad superficial del mismo modo que se ha descrito en el Ejemplo comparativo 3, excepto que la resina de poliuretano termoplástico en el Ejemplo de preparación 3 constituyó la capa superficial y una resina de poli(metacrilato de metilo) (PMMA) constituyó la capa intermedia. Los resultados de la medición se muestran a
15 continuación en la Tabla 2.

Tabla 2

	Capa superficial	Capa intermedia	Transmitancia luminosa	Resistividad superficial ($\Omega/\text{sq.}$)
Ej. comp. 3	Poliuretano en el Ej. Comp. 1	PETG	83	3,8 E13
Ej. comp. 4	Poliuretano en el Ej. Comp. 2	PETG	83	1,5 E13
Ej. 1	Poliuretano en el Ej. de prep. 1	PETG	87	3,5 E11
Ej. 2	Poliuretano en el Ej. de prep. 2	PETG	84	8,3 E9
Ej. 3	Poliuretano en el Ej. de prep. 3	PETG	87	4,2 E7
Ej. 4	Poliuretano en el Ej. de prep. 4	PETG	84	3,1 E7
Ej. 5	Poliuretano en el Ej. de prep. 5	PETG	85	8,3 E7
Ej. 6	Poliuretano en el Ej. de prep. 6	PCTG	90	5,3 E7
Ej. 7	Poliuretano en el Ej. de prep. 7	PMMA	91	3,9 E7

20 Como se muestra en la Tabla 2, una hoja multicapa (tricapa) que tiene la capa superficial hecha de uretano y la capa intermedia hecha de una resina de polímero transparente es excelente en transparencia. En particular, si una resina de poliuretano termoplástico preparada usando polietilenglicol se usa como capa superficial (en el caso del Ejemplo 1 a 7), la hoja tiene baja resistividad superficial y, por tanto, propiedades de disipación electrostática superiores. Por
25 tanto, si la hoja contiene una sal de litio tal como (bis)perfluoroetanosulfonimida de litio, o sal orgánica basada en imidazolio, sus propiedades eléctricas son extraordinariamente mejoradas.

REIVINDICACIONES

1. Una hoja multicapa transparente que tiene propiedades de disipación electrostática, comprendiendo la hoja:

- 5 una capa superficial constituida por una resina de poliuretano o de poliurea termoplástico conductor en la que la resina de poliuretano o de poliurea comprende un producto de reacción de la polimerización de (a) polietilenglicol (o un polímero basado en poliéter que contiene óxido de etileno); (b) un compuesto de diisocianato aromático o alifático; y (c) un extensor de cadena C2 a C10 que contiene un grupo hidroxilo primario o un grupo amina; y
- 10 una capa trasera unida a la capa superficial en la que dicha capa trasera consiste en una resina de polímero no conductor transparente; en la que la capa superficial tiene un espesor de 0,05 a 3 mm y la capa trasera tiene un espesor de 0,05 a 10 mm.
- 15 2. La hoja multicapa transparente según la reivindicación 1, en la que el polietilenglicol tiene un peso molecular promedio en número (Mn) de 500 a 10.000.
3. La hoja multicapa transparente según la reivindicación 1, en la que el compuesto de diisocianato se selecciona del grupo que consiste en 1,6-hexametilendiisocianato (HDI), 4,4-diciclohexilmetanodiisocianato, 3-isocianatometil-3,5,5-trimetilciclohexilisocianato, 1,4-ciclohexildiisocianato, 2,2,4-trimetilhexametildiisocianato, 1,4-fenilendiisocianato, 2,4-toluenodiisocianato, 2,6-toluenodiisocianato, 2,2'-metilendifenildiisocianato, 2,4'-metilendifenildiisocianato, 4,4'-metilendifenildiisocianato, naftalendiisocianato y mezclas de los mismos.
- 20 4. La hoja multicapa transparente según la reivindicación 1, en la que el extensor de cadena se selecciona del grupo que consiste en etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,10-decanodiol, 2,2-dimetil-1,3-propanodiol, 1,4-ciclohexanodimetanol, éter bis(2-hidroxietílico) de hidroquinona, 1,6-hexanodiol y neopentilglicol, 1,2-propilendiamina, 1,3-propilendiamina, isoforondiamina, etilendiamina, N-metilpropilén-1,3-diamina, N,N'-dimetilendiamina y mezclas de los mismos.
- 25 5. La hoja multicapa transparente según la reivindicación 1, en la que el compuesto de diisocianato se usa en una cantidad de 0,90 moles a 1,10 moles, basados en 1,0 mol de un total del extensor de cadena y el polietilenglicol.
6. La hoja multicapa transparente según la reivindicación 1, en la que el extensor de cadena se usa en una cantidad de 0,1 moles a 30 moles, basado en 1 mol del polietilenglicol.
- 35 7. La hoja multicapa transparente según la reivindicación 1 que comprende además un potenciador de las propiedades de disipación electrostática en forma de una sal inorgánica u orgánica en una cantidad de 0,1 a 20 partes en peso, basadas en 100 partes en peso de una cantidad de uso total del polietilenglicol, el compuesto de diisocianato y el extensor de cadena.
- 40 8. La hoja multicapa transparente según la reivindicación 7, en la que el potenciador de las propiedades de disipación electrostática en forma de una sal inorgánica se selecciona del grupo que consiste en perclorato de litio, hexafluorofosfato de litio, hexafluoroarseniato de litio, yoduro de litio, bromuro de litio, tiocianato de litio, nitrato de litio, sulfuro de litio, tris(trifluorometilsulfonyl)metida de litio, sal de litio de ácido trifluorometanosulfónico, (bis)trifluorometanosulfonimida de litio, (bis)perfluoroetanosulfonamida de litio, ácido 5-litiosulfoisoftálico, sal de litio de ácido 3,5-diyodo-2-hidroxibenzoico, sal de litio de ácido 3,5-diyodosalicílico, sal hidratada de litio de ácido beta-hidroxipirúvico, sal de dilitio de fosfato de carbamoilo, sal de litio de ácido p-toluenosulfínico, sal de litio de poli(etileno-co-ácido metacrílico), sal anhídrica de litio de ácido tolueno-4-sulfínico y mezclas de los mismos.
- 45 9. La hoja multicapa transparente según la reivindicación 7, en la que el potenciador de las propiedades de disipación electrostática en forma de una sal orgánica comprende un catión de nitrógeno y un anión coordinado con el mismo, el catión de nitrógeno se selecciona del grupo que consiste en piridinio, piridazinio, pirimidinio, pirazinio, imidazolio, pirazolio, tiazolio, oxazolio, triazolio y mezclas de los mismos y el anión se selecciona del grupo que consiste en Cl⁻, Br⁻, F⁻, HSO₄⁻, H₂PO₄⁻, NO₃⁻, ClO₄⁻, BF₄⁻, PF₆⁻, SbF₆⁻, AsF₆⁻, alcanosulfonatos, arilsulfonatos y
- 50 alcarilsulfonatos, perfluoroalcanosulfonatos, cianoperfluoroalcanosulfonilamidas, bis (ciano) fluoroalcanosulfonilmetidas, bis (perfluoroalcanosulfonil)imididas, bis (perfluoroalcanosulfonil)metidas, tris(perfluoroalcanosulfonil) metidas y mezclas de los mismos.
- 55 10. La hoja multicapa transparente según la reivindicación 1, en la que la resina de polímero no conductor transparente se selecciona del grupo que consiste en poli(tereftalato de etileno), poli(tereftalato de etileno) modificado con glicol, poli(tereftalato de ciclohexano) modificado con glicol, poli(metacrilato de metilo), policarbonato, acrilonitrilo-butadieno-estireno transparente (ABS transparente) y mezclas de los mismos.
- 60 11. La hoja multicapa transparente según la reivindicación 1 que tiene una forma en la que la capa superficial está unida sobre cualquier cara de la capa trasera respectivamente.
- 65