

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 381 217**

51 Int. Cl.:  
**H01L 31/048** (2006.01)  
**B32B 17/06** (2006.01)  
**B32B 27/32** (2006.01)

12

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09790282 .9**  
96 Fecha de presentación: **10.07.2009**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2308098**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **13.04.2011**

54 Título: **Método para hacer una estructura laminada de vidrio/película de poliolefina**

30 Prioridad:  
**15.07.2008 US 80849 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**24.05.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**24.05.2012**

73 Titular/es:  
**Dow Global Technologies Inc.**  
**2040 Dow Center**  
**Midland, MI 48674, US**

72 Inventor/es:  
**WEAVER, John, D.;**  
**WU, Shaofu y**  
**HU, Yanli**

74 Agente/Representante:  
**de Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 381 217 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**

Método para hacer una estructura laminada de vidrio/película de poliolefina

**CAMPO DE LA INVENCIÓN**

5 Esta invención se refiere a estructuras laminadas. En un aspecto, la invención se refiere a estructuras laminadas de vidrio y película de poliolefina, mientras que en otro aspecto la invención se refiere a módulos fotovoltaicos. En otro aspecto más, la invención se refiere a un método para hacer una estructura laminada en la que una película de poliolefina está en contacto adherente con vidrio, mientras que en otro aspecto más, la invención se refiere a un método para hacer una estructura laminada en la que la película de poliolefina está reticulada con silano y presenta una buena adherencia al vidrio.

**10 ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN**

El material más común adecuado para un encapsulante en un panel fotovoltaico (FV) es el poli(etileno-co-acetato de vinilo) (EVA). La transparencia óptica, moldeabilidad y bajo coste están entre sus cualidades deseables. Durante el procedimiento de laminación para construir un panel FV típico, el encapsulante de EVA se reticula químicamente por acción de un peróxido orgánico. La principal desventaja del EVA como encapsulante es que es susceptible de hidrólisis por reacción con humedad del ambiente, lo que produce la formación de ácido acético, que a su vez puede dañar la célula FV. Como consecuencia, los paneles FV hechos de EVA tienen una vida inaceptablemente corta.

15 Las poliolefinas de baja densidad, tales como poli(etileno-co-octeno) satisfacen muchos de los requisitos de un encapsulante, incluyendo la transparencia óptica, moldeabilidad y bajo coste (incluso menor que EVA), y además no se ven afectadas por la hidrólisis. Sin embargo, las poliolefinas no modificadas no tienen suficiente adherencia al vidrio, ni tienen suficiente resistencia mecánica a temperaturas elevadas.

20 Las poliolefinas que están modificada para contener grupos funcionales trialcóxisilano presentan una adherencia al vidrio aceptable porque durante el procedimiento de laminación para construir el panel FV, los grupos alcóxisilano en la resina y los grupos silanol que se encuentran de forma natural en la superficie del vidrio, experimentan una reacción de condensación no catalizada que forma enlaces siloxano fuertes e hidrolíticamente estables entre la resina y el vidrio. Sin embargo, dicho encapsulante todavía no tiene suficiente resistencia mecánica a temperaturas elevadas.

25 Las poliolefinas que contienen grupos trialcóxisilano reaccionarán con agua en presencia de un catalizador para formar grupos funcionales silanol, y estos grupos reaccionan además entre sí, también en presencia de un catalizador, para formar reticulaciones de siloxano. Típicamente, estas dos reacciones se producen muy lentamente en ausencia de un catalizador. Los catalizadores para estas reacciones pueden ser un ácido o una base. Los ácidos de Lewis se usan habitualmente para inducir la reticulación. El encapsulante reticulado tiene muy buena resistencia mecánica a temperaturas elevadas, pero presenta adherencia pobre al vidrio. Esto se debe a que algunos de los grupos alcóxisilano en la superficie del encapsulante que son necesarios para la reacción con la superficie de vidrio se han convertido en grupos siloxano, y los grupos siloxano no son reactivos con la superficie de vidrio. Por lo tanto, 30 cuantos más grupos alcóxisilano en la superficie del encapsulante se han convertido en grupos siloxano, peor es la adherencia del encapsulante a la superficie de vidrio.

35 Por estas y otras razones, la industria de las estructuras laminadas de vidrio/película de poliolefina laminada, tales como los paneles FV, tienen un interés continuo en el desarrollo de un método para preparar una estructura en la que los grupos alcóxisilano que contiene la olefina estén reticulados y presenten también una buena adherencia al vidrio.

40 El documento WO 89/000500 describe una bolsa y un método para hacer dicha bolsa. La bolsa consiste en un material polimérico de multicapas, preferiblemente de dos o tres capas. Las capas consisten en poliolefina, preferiblemente polietileno, y un copolímero olefínico reticulado obtenido por reticulación de un copolímero olefínico con grupos silano hidrolizables, tales como poli(etileno/vinil-trimetoxi-silano), bajo la acción de agua y un catalizador de condensación de silanol. Para producir el material de multicapas, el catalizador de condensación de silanol se proporciona en una capa separada de la capa reticulable, por ejemplo, en la capa de poliolefina o en una capa separada, tal como una capa de mezcla madre de catalizador de condensación de silanol. El material de multicapas se produce por coextrusión y se usa para la fabricación de bolsas de una forma convencional, después de lo cual el polímero reticulable se reticula sometiendo la bolsa a la acción de humedad y haciendo que el catalizador de condensación del silanol migre a la capa o capas reticulables.

45

**50 BREVE SUMARIO DE LA INVENCIÓN**

De acuerdo con esta invención, la película o encapsulante polimérico es una poliolefina que contiene grupos alcóxisilano, y durante el procedimiento de laminación para construir una estructura laminada de película de poliolefina y vidrio, p. ej., un panel FV, se aplica un catalizador para promover la reticulación de los grupos alcóxisilano de una forma controlada, de modo que el procedimiento de reticulación puede proceder dentro de la masa de la resina, y el procedimiento de adherencia de la película de poliolefina al vidrio puede proceder en la

55

5 superficie de la resina. La adición del catalizador de reticulación a la extrusora cuando se moldea la película produce una distribución homogénea del catalizador por toda la película y esto, a su vez, da como resultado una película que no tiene buena adherencia al vidrio. Sin embargo, mediante la adición del catalizador alejado de la superficie de la película que se pondrá en contacto con el vidrio, se obtienen tanto buena adherencia como buena resistencia mecánica a temperatura elevada.

En una realización, la invención es una estructura laminada que comprende (i) una capa de vidrio, (ii) una primera capa de poliolefina (PO) que comprende una PO injertada con un grupo alcoxisilano, (iii) una capa de catalizador, y (iv) una segunda capa de poliolefina que comprende una PO injertada con un grupo alcoxisilano, teniendo cada capa superficies faciales opuestas, y:

- 10 A. Una superficie facial de la primera capa de PO en contacto adherente con una superficie facial de la capa de vidrio;
- B. Una superficie facial de la capa de catalizador en contacto adherente con la superficie facial de la primera capa de PO opuesta a la superficie facial de la primera capa de PO en contacto adherente con la capa de vidrio; y
- 15 C. Una superficie facial de la segunda capa de PO en contacto adherente con la superficie facial de la capa de catalizador opuesta a la superficie facial de la capa de catalizador en contacto adherente con la primera capa de PO.

20 En una realización, la invención es un método para hacer una estructura laminada, comprendiendo la estructura (i) una capa de vidrio, (ii) una primera capa de poliolefina (PO) que comprende una PO injertada con un grupo alcoxisilano, (iii) una capa de catalizador, y (iv) una segunda capa de PO que comprende una PO injertada con un grupo alcoxisilano, teniendo cada capa superficies faciales opuestas, y comprendiendo el método las etapas de aplicar en contacto adherente:

- A. Una superficie facial de la primera capa de PO a una superficie facial de la capa de vidrio;
- 25 B. La capa de catalizador a la superficie facial de la primera capa de PO opuesta a la superficie facial de la primera capa de PO en contacto adherente con la capa de vidrio; y
- C. La segunda capa de PO a la superficie facial de la capa de catalizador opuesta a la superficie facial de la capa de catalizador en contacto adherente con la primera capa de PO;

30 Las capas se pueden aplicar una a otra en cualquier orden, p. ej., la segunda capa de PO se puede aplicar a la capa de catalizador antes de aplicar la capa de catalizador a la primera capa de PO, o la capa de catalizador se puede aplicar a la primera capa de PO antes de aplicar la primera capa de PO al vidrio.

En una realización, el catalizador se puede pintar, pulverizar o soldar sobre la superficie de la primera capa de PO que es la opuesta a la superficie facial de la capa de PO que está en contacto con el vidrio. El catalizador se puede aplicar como una sustancia pura, o se puede disolver en un disolvente, dispersar en un vehículo inerte o emulsionar.

35 En una realización, el catalizador se puede distribuir homogéneamente en una película fina que comprende una poliolefina que no se ha modificado con grupos funcionales alcoxisilano. La película se aplica como una capa de una estructura laminada de multicapas. Por lo tanto, en el procedimiento de laminación para construir, por ejemplo un panel FV, se aplica al vidrio la primera capa de PO, y después una película fina que contiene el catalizador se pone en contacto con la primera capa de PO formando una estructura de sándwich con el vidrio en un lado, la película con catalizador en el otro lado y la primera capa de PO en el centro. El catalizador puede difundirse desde la película fina a la primera capa de PO para catalizar la reticulación. La película que contiene el catalizador no está reticulada, y se puede preparar añadiendo el catalizador a un fundido de polímero. La película se extruye de forma suficientemente fina de modo que no afecte perjudicialmente a la resistencia mecánica de la estructura laminada a una temperatura elevada.

45 En una realización, la invención es la estructura laminada hecha por el método descrito anteriormente. La estructura laminada puede tener la forma, entre otras cosas, de un panel o módulo FV, o una célula solar, o vidrio de seguridad, o vidrio aislante o similar.

#### BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La figura 1 es una ilustración de una estructura laminada de 5 capas de la cual la cuarta capa es una capa de catalizador.

50 La figura 2 ilustra un esquema de la arquitectura para el moldeo por compresión.

La figura 3 es una gráfica que describe el efecto de la concentración de catalizador en la adherencia de una capa de película de PO a vidrio.

La figura 4 es una gráfica que describe resultados de DMTA comparativos de una PO reticulada y EVA en función de la temperatura.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA REALIZACIÓN PREFERIDA

- 5 Los intervalos numéricos en esta descripción son aproximados, y por lo tanto pueden incluir valores fuera del rango a menos que se indique otra cosa. Los intervalos numéricos incluyen todos los valores desde el valor más bajo hasta el valor más alto e incluyendo dichos valores, en incrementos de una unidad, siempre que haya una separación de al menos dos unidades entre cualquier valor más bajo y cualquier valor más alto. Como ejemplo, si una propiedad de la composición, física u otra propiedad o parámetro del procedimiento, tal como, por ejemplo, el peso molecular, viscosidad, índice de fluidez, temperatura, etc., es de 100 a 1.000, se pretende que todos los valores individuales, tales como 100, 101, 102, etc., y subintervalos, tales como de 100 a 144, de 155 a 170, de 197 a 200, etc., estén enumerados expresamente. Para intervalos que contienen valores que son menores de uno o que contienen números fraccionarios mayores de uno (por ejemplo, 1,1, 1,5, etc.), se considera que una unidad es 0,0001, 0,001, 0,01 o 0,1, según sea apropiado. Para intervalos que contienen números de un solo dígito menores de 10 (por ejemplo, 1 a 5), se considera típicamente que una unidad es 0,1.
- 10
- 15 Estos son sólo ejemplos de lo que se pretende específicamente, y se tiene que considerar que todas las combinaciones posibles de valores numéricos entre el valor inferior y el valor superior enumerado se indican expresamente en esta descripción. En la presente memoria se proporcionan intervalos numéricos, entre otras cosas, para la densidad, índice de fluidez, cantidad de grupos alcoxisiloxano en la resina de PO, y cantidades relativas de ingredientes en diferentes formulaciones.
- 20 El término "comprende" y sus derivados no pretenden excluir la presencia de cualquier otro componente, etapa o procedimiento adicional, tanto si se han descrito específicamente como si no. Con el fin de evitar cualquier duda, cualquier procedimiento o composición reivindicada por el uso del término "comprende" puede incluir cualesquiera etapas, equipamiento, aditivo, adyuvante, o compuesto sea polimérico o de otro tipo, adicionales, salvo que se indique lo contrario. En contraste, la expresión "consiste sustancialmente en" excluye del alcance de cualquier recitado posterior cualquier otro componente, etapa o procedimiento, excepto aquellos que no son esenciales para el funcionamiento. La expresión "consiste en" excluye cualquier componente, etapa o procedimiento que no se indica o enumera específicamente. El término "o", a menos que se indique lo contrario, se refiere a los miembros enumerados individualmente, así como en cualquier combinación.
- 25
- 30 "Composición" y términos similares significan una mezcla de dos o más materiales. En composiciones están incluidos mezclas de pre-reacción, de reacción y de post-reacción, las últimas de las cuales incluirán productos de reacción y subproductos, así como componentes sin reaccionar de la mezcla de reacción y productos de descomposición, si los hay, formados a partir de uno o más componentes de la mezcla de pre-reacción o de reacción.
- 35 "Mezcla", "mezcla de polímeros" y expresiones similares significan una composición de dos o más polímeros. Dicha mezcla puede ser o no miscible. Dicha mezcla puede tener o no separación de fases. Dicha mezcla puede contener o no una o más configuraciones de dominio, como se determina a partir de espectroscopia de transmisión de electrones, dispersión de la luz, dispersión de rayos x y cualquier otro método conocido en la técnica. Las mezclas no son laminadas, pero una o más capas de un laminado pueden contener una mezcla.
- 40 "Polímero" significa un compuesto polimérico preparado polimerizando monómeros, ya sean del mismo o de diferente tipo. El término genérico polímero abarca así el término homopolímero, usado normalmente para referirse a polímeros preparados a partir de sólo un tipo de monómero y el término interpolímero como se define a continuación. También abarca todas las formas de interpolímeros, p. ej., aleatorios, de bloques, etc. Las expresiones "polímero de etileno/ $\alpha$ -olefina", "polímero de propileno/ $\alpha$ -olefina" y "copolímero de silano" son indicativos de interpolímeros como se describe a continuación.
- 45 "Interpolímero" implica un polímero preparado mediante la polimerización de al menos dos monómeros diferentes. Este término genérico incluye copolímeros, empleado normalmente para referirse a polímeros preparados a partir de dos monómeros diferentes, y polímeros preparados a partir de más de dos monómeros diferentes, por ejemplo, terpolímeros, tetrapolímeros, etc.
- 50 "Cantidad catalítica" y términos similares significan una cantidad de catalizador suficiente para promover la velocidad de reacción entre dos o más sustancias reaccionantes en un grado perceptible.
- "Cantidad reticulante" y términos similares significan una cantidad de agente de reticulación o radiación o humedad o cualquier otro compuesto reticulante o energía suficiente para impartir al menos una cantidad detectable de reticulación en la composición o mezcla en condiciones de reticulación.
- 55 "Capa" significa un estrato o revestimiento de un solo grosor, extendido o que cubre una superficie de forma continua o discontinua.
- "Multicapas" significa al menos dos capas.

"Superficie facial", "superficie planar" y términos similares significan las superficies de las capas que están en contacto con las superficies opuestas y adyacentes de las capas contiguas. Las superficies faciales se distinguen de las superficies del borde. Una capa rectangular comprende dos superficies faciales y cuatro superficies de los bordes. Una capa circular comprende dos superficies faciales y una superficie de borde continua.

- 5 "En contacto adherente" y expresiones similares significan que una superficie facial de una capa y una superficie facial de otra capa están en contacto muy juntas y unidas entre sí, de modo que una capa no se puede separar de la otra capa sin dañar las superficies faciales en contacto de las dos capas.

#### *Resinas poliolefinicas*

- 10 Los copolímeros poliolefinicos útiles en la práctica de esta invención tienen típicamente, antes del injerto, una densidad inferior a 0,91, preferiblemente inferior a 0,905, más preferiblemente inferior a 0,89, incluso más preferiblemente inferior a 0,88 e incluso más preferiblemente inferior a 0,875 gramos por centímetro cúbico ( $\text{g/cm}^3$ ). Los copolímeros poliolefinicos típicamente tienen una densidad mayor que 0,85, preferiblemente mayor que 0,855 y más preferiblemente mayor que 0,86  $\text{g/cm}^3$ . La densidad se mide mediante el procedimiento de la norma ASTM D-792. Los copolímeros poliolefinicos de baja densidad se caracterizan en general por ser semicristalinos, flexibles y por tener buenas propiedades ópticas, por ejemplo, alta transmisión de luz UV y visible, y baja turbidez.

Los copolímeros poliolefinicos útiles en la práctica de esta invención, típicamente antes del injerto, tienen un índice de fluidez mayor que 0,10 y preferiblemente mayor que 1 gramo por 10 minutos ( $\text{g}/10 \text{ min}$ ). Los copolímeros poliolefinicos típicamente tienen un índice de fluidez inferior a 75 y preferiblemente inferior a 10  $\text{g}/10 \text{ min}$ . El índice de fluidez se mide por el procedimiento de la norma ASTM D-1238 ( $190^\circ\text{C}/2,16 \text{ kg}$ ).

- 20 Los copolímeros poliolefinicos útiles en la práctica de esta invención y que están hechos con un catalizador de un solo sitio tal como un catalizador de metaloceno o catalizador de geometría restringida, típicamente tienen, antes de injerto, un punto de fusión inferior a aproximadamente 95, preferiblemente inferior a aproximadamente 90, más preferiblemente inferior a aproximadamente 85, incluso más preferiblemente inferior a aproximadamente 80 y todavía más preferiblemente inferior a aproximadamente  $75^\circ\text{C}$ . Para los copolímeros poliolefinicos hechos con catalizadores de múltiples sitios, p. ej., catalizadores Ziegler-Natta y Phillips, el punto de fusión es típicamente de 125 a  $127^\circ\text{C}$ . El punto de fusión se mide por calorimetría diferencial de barrido (DSC) como se describe, por ejemplo, en el documento USP 5.783.638. Los copolímeros poliolefinicos con un punto de fusión bajo presentan a menudo propiedades deseables de flexibilidad y termoplaticidad útiles en la fabricación de los módulos de esta invención.

- 30 Los copolímeros poliolefinicos útiles en la práctica de esta invención incluyen interpolímeros de etileno/alfa-olefina que tienen un contenido de  $\alpha$ -olefina de entre aproximadamente 15, preferiblemente al menos aproximadamente 20 e incluso más preferiblemente al menos aproximadamente 25 por ciento en peso (% en peso) basado en el peso del interpolímero. Los interpolímeros típicamente tienen un contenido de  $\alpha$ -olefina inferior a aproximadamente 50, preferiblemente inferior a aproximadamente 45, más preferiblemente inferior a aproximadamente 40 e incluso más preferiblemente inferior a aproximadamente 35% en peso basado en el peso del interpolímero. El contenido de  $\alpha$ -olefina se mide por espectroscopía de resonancia magnética de  $^{13}\text{C}$  (RMN) usando el procedimiento descrito en Randall (*Rev. Macromol. Chem. Phys.*, C29 (2&3)). En general, cuanto mayor es el contenido de  $\alpha$ -olefina del interpolímero, menor es la densidad y más amorfo es el interpolímero.

- 40 La  $\alpha$ -olefina es preferiblemente una  $\alpha$ -olefina  $\text{C}_{3-20}$  lineal, ramificado o cíclica. Los ejemplos de  $\alpha$ -olefina  $\text{C}_{3-20}$  incluyen propeno, 1-buteno, 4-metil-1-penteno, 1-hexeno, 1-octeno, 1-deceno, 1-dodeceno, 1-tetradeceno, 1-hexadeceno, y 1-octadeceno. Las  $\alpha$ -olefinas también pueden contener una estructura cíclica tal como ciclohexano o ciclopentano, dando una  $\alpha$ -olefina tal como 3-ciclohexil-1-propeno (alil-ciclohexano) y vinil-ciclohexano. Aunque no son  $\alpha$ -olefinas en el sentido clásico del término, para los fines de esta invención, ciertas olefinas cíclicas, tal como norborneno y olefinas relacionadas, son  $\alpha$ -olefinas y pueden usarse en lugar de algunas o todas las  $\alpha$ -olefinas descritas anteriormente. Igualmente, el estireno y sus olefinas relacionadas (por ejemplo,  $\alpha$ -metielstireno, etc.) son  $\alpha$ -olefinas para los propósitos de esta invención. Sin embargo, el ácido acrílico y metacrílico y sus respectivos ionómeros, y los acrilatos y metacrilatos no son  $\alpha$ -olefinas para los propósitos de esta invención. Los copolímeros poliolefinicos ilustrativos incluyen etileno/propileno, etileno/buteno, etileno/1-hexeno, etileno/1-octeno, etileno/estireno y similares. El etileno/ácido acrílico (EAA), etileno/ácido metacrílico (EMA), etileno/acrilato o metacrilato, etileno/acetato de vinilo y similares, no son copolímeros poliolefinicos de esta invención. Los terpolímeros ilustrativos incluyen etileno/propileno/1-octeno, etileno/propileno/buteno, etileno/buteno/1-octeno y etileno/buteno/estireno. Los copolímeros pueden ser aleatorios o de bloques.

- 55 Los ejemplos más específicos de interpolímeros olefinicos útiles en esta invención incluyen el polietileno de muy baja densidad (VLDPE) (p. ej., FLEXOMER® polietileno de etileno/1-hexeno fabricado por The Dow Chemical Company), copolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina lineales, homogéneamente ramificados (p. ej. TAFMER® de Mitsui Petrochemicals Company Limited y EXACT® de Exxon Chemical Company), polímeros de etileno / $\alpha$ -olefina sustancialmente lineales, homogéneamente ramificados (p. ej., AFFINITY® y ENGAGE® polietileno disponible en The Dow Chemical Company), y copolímeros de bloques de olefinas tales como los descritos en el documento USP 7.355.089 (p. ej., INFUSE® disponible en The Dow Chemical Company). Los copolímeros poliolefinicos más preferidos son los copolímeros de etileno sustancialmente lineales y lineales homogéneamente ramificados. Los

copolímeros de etileno sustancialmente lineales se prefieren en especial, y se describen con más detalle en los documentos USP 5.272.236, 5.278.272 y 5.986.028.

5 Los copolímeros poliolefinicos útiles en la práctica de esta invención incluyen también propileno, buteno y otros copolímeros basados en alqueno, p. ej., copolímeros que comprenden una mayoría de unidades derivadas de propileno y una minoría de unidades derivadas de otra  $\alpha$ -olefina (incluyendo etileno). Los polímeros de propileno de ejemplo útiles en la práctica de esta invención incluyen los polímeros VERSIFY® disponibles en The Dow Chemical Company, y los polímeros VISTAMAXX® disponibles en ExxonMobil Chemical Company.

10 También se pueden usar mezclas de cualquiera de los interpolímeros olefinicos anteriores en esta invención, y los copolímeros poliolefinicos se pueden mezclar o diluir con uno o más polímeros diferentes en la medida en que los polímeros sean (i) miscibles entre sí, (ii) los otros polímeros tengan poco impacto, si hay alguno, en las propiedades del copolímero poliolefinico, p. ej., propiedades ópticas y módulo bajo, y (iii) los copolímeros poliolefinicos de esta invención constituyan al menos aproximadamente 70, preferiblemente al menos aproximadamente 75 y más preferiblemente al menos aproximadamente 80 por ciento en peso de la mezcla.

15 Las resinas de PO usadas en la primera y la segunda capas de PO que contienen alcoxisilano de la estructura laminada de esta invención, contienen, por supuesto, grupos alcoxisilano. Los grupos alcoxisilano están injertados a una resina de PO. Se puede usar cualquier silano que se injerte en y reticule eficazmente el copolímero poliolefinico y conduzca a la adherencia al vidrio, en la práctica de esta invención. Los silanos adecuados incluyen silanos insaturados que comprenden un grupo hidrocarbilo etilénicamente insaturado, tal como un grupo vinilo, alilo, isopropenilo, butenilo, ciclohexenilo o  $\gamma$ -(met)acriloxi-alilo, y un grupo hidrolizable, tal como, por ejemplo, un grupo  
20 hidrocarbilo, hidrocarbonilo o hidrocarbiloamino. Los ejemplos de grupos hidrolizables incluyen grupos metoxi, etoxi, formiloxi, acetoxi, propioniloxi y alquil- o arilamino. Son silanos preferidos los alcoxisilanos insaturados que se pueden injertar sobre el polímero. Estos silanos y su método de preparación están descritos con mayor detalle en el documento USP 5.266.627. Los reticulantes de silano preferidos para el uso en esta invención son viniltrimetoxisilano, viniltriethoxisilano,  $\gamma$ -(met)acriloxipropiltrimetoxisilano, y mezclas de estos silanos.

25 Alternativamente, los copolímeros de silano, p. ej., SILINK copolímero de poli(etileno-co-viniltrimetoxisilano), se pueden usar en combinación con polímeros de etileno injertados o modificados de otra forma con grupos alcoxisilano.

30 La cantidad de reticulante de silano usado en esta invención, sea como un grupo injertado en una cadena principal de poliolefina o como unidad incorporada en la cadena de polímero como en un copolímero de silano, puede variar ampliamente dependiendo de la naturaleza de la poliolefina o el copolímero de silano, el silano, las condiciones del procesamiento, la eficacia del injertado, la aplicación final y factores similares, pero típicamente se usa al menos 0,2, preferiblemente al menos 0,5% en peso basado en el peso del copolímero. Las consideraciones de conveniencia y economía son habitualmente las dos limitaciones principales que existen sobre la cantidad máxima de reticulante de silano usada en la práctica de esta invención, y típicamente la cantidad máxima de reticulante de silano no supera  
35 5% en peso, y preferiblemente no supera 3% en peso, basada en el peso del copolímero.

En las realizaciones que comprenden dos o más capas de PO que comprende alcoxisilano, la cantidad de alcoxisilano en cada capa puede ser la misma o diferente, y cada capa puede contener el mismo o diferente alcoxisilano, p. ej., en una capa la PO se puede injertar con viniltrimetoxisilano mientras que en la otra capa la misma o diferente PO se injerta con viniletoxosilano, o en una capa el PO se injerta con vinilmetoxisilano mientras que la otra  
40 capa comprende copolímero de poli(etileno-co-viniltrimetoxisilano). En una realización, la cantidad de alcoxisilano en una capa es al menos dos veces, tres veces o cuatro veces la de alcoxisilano en la otra capa, o al menos una de las otras capas.

45 El reticulante de silano se injerta al polímero de PO por cualquier método convencional, típicamente en presencia de un inhibidor de radicales libres, p. ej. peróxidos y azocompuestos, o mediante radiación ionizante, etc. Se prefieren los iniciadores orgánicos, tal como uno cualquiera de los iniciadores de tipo peróxido, por ejemplo, peróxido de dicumilo, peróxido de di-terc-butilo, perbenzoato de t-butilo, peróxido de benzoilo, hidroperóxido de cumeno, peroctoato de t-butilo, peróxido de etilmetilcetona, 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi)hexano, peróxido de laurilo, y peracetato de terc-butilo. Un azocompuesto adecuado es el azobisisobutil-nitrito. La cantidad de iniciador puede variar, pero típicamente está presente en una cantidad de al menos 0,02, preferiblemente al menos 0,03 phr.  
50 Típicamente, el iniciador no supera 0,15, preferiblemente no supera aproximadamente 0,10 phr. La relación de reticulante de silano a iniciador también puede variar ampliamente, pero la relación típica de reticulante:iniciador está entre 10:1 y 150:1, preferiblemente entre 18:1 y 100:1.

Aunque se puede usar cualquier método convencional para injertar el reticulante de silano con el polímero PO, un método preferido es mezclar los dos con el iniciador en la primera etapa de un reactor extrusor, tal como un  
55 amasador de Buss. Las condiciones de injerto pueden variar, pero las temperaturas de la masa fundida se sitúan de forma típica entre 160°C y 260°C, preferiblemente entre 190°C y 230°C, dependiendo del tiempo de residencia y de la semivida del iniciador.

Los materiales poliméricos de esta invención pueden comprender aditivos distintos de o además de los promotores

- de curado. Por ejemplo, estos otros aditivos incluyen estabilizantes UV y estabilizantes de proceso tales como compuestos de fósforo trivalentes. Los estabilizantes UV son útiles para disminuir la longitud de onda de la radiación electromagnética (p. ej., a menos de 360 nm), que puede ser absorbida por una estructura laminada, p. ej., un módulo FV, e incluyen fenoles impedidos tales como Cyasorb UV2908 y aminas impedidas tales como Cyasorb UV 3529, Hostavin N30, Univil 4050, Univin 5050, Chimassorb UV 119, Chimassorb 944 LD, Tinuvin 622 LD, y similares. Los compuestos de fósforo incluyen fosfonitos (PEPQ) y fosfitos (Weston 399, TNPP, P-168 y Doverphos 9228). La cantidad de estabilizante UV es típicamente de aproximadamente 0,1 a 0,8%, y preferiblemente de aproximadamente 0,2 a 0,5%. La cantidad de estabilizante del procesamiento es típicamente de aproximadamente 0,02 a 0,5%, y preferiblemente de aproximadamente 0,05 a 0,15%.
- 5
- 10 Otros aditivos adicionales incluyen, pero sin quedar limitados a éstos, antioxidantes (por ejemplo, compuestos fenólicos impedidos tales como Irganox® 1010, fabricado por Ciba Geigy Corp.), aditivos de agarre (p. ej., poliisobutileno), agentes anti-bloqueo, agentes anti-deslizamiento, pigmentos y cargas (transparentes si la transparencia es importante para la aplicación). También se pueden emplear aditivos de proceso, por ejemplo estearato cálcico, agua, etc. Estos y otros aditivos potenciales se utilizan de la manera y en la cantidad que es comúnmente conocida en la técnica.
- 15

#### *Vidrio*

- El vidrio en el sentido habitual se refiere a un sólido transparente, duro y frágil, tal como el que se usa para ventanas, muchas botellas o lentes, incluyendo, pero sin limitación, vidrio sódico-cálcico, vidrio de borosilicato, vidrio acrílico, vidrio falso, ictiocola (vidrio Muscovy), u oxinitruro de aluminio. En el sentido técnico, el vidrio es un producto inorgánico de fusión que se ha enfriado a un estado rígido sin cristalizar. Muchos vidrios contienen sílice como su componente principal y formador de vidrio.
- 20

- El vidrio de dióxido de silicio (SiO<sub>2</sub>) puro (el mismo compuesto químico que el cuarzo, o en su forma policristalina, la arena) no absorbe la luz UV y se usa para aplicaciones que requieren transparencia en esta región. Los monocristales naturales grandes de cuarzo son dióxido de silicio puro, y tras triturarlos se usan para vidrios especiales de alta calidad. La sílice amorfa sintética, una forma de cuarzo casi 100% pura, es la materia prima para la mayoría de los vidrios especiales caros.
- 25

- La capa de vidrio de la estructura laminada típicamente es una de, sin limitación, vidrio para ventanas, vidrio para lunas, vidrio de silcato, vidrio plano, vidrio flotado, vidrio coloreado, vidrio especial que puede incluir, por ejemplo, ingredientes para controlar el calentamiento solar, vidrio revestido con metales pulverizados, tal como plata, vidrio revestido con óxido de antimonio y estaño y/o óxido de indio y estaño, vidrio E, vidrio SOLEX™ (disponible en PPG Industries of Pittsburgh, PA) y TOROGLASS™. Alternativamente, la capa de vidrio, que puede ser una lámina rígida o flexible que comprende un policarbonato, un acrílico, un poliacrilato, una poliolefina cíclica tal como etileno-norborneno, poliestireno catalizado por metaloceno, y mezclas de dos o más de estos materiales.
- 30

#### *Catalizador*

- El curado se promueve con un catalizador de reticulación, y en la práctica de esta invención se puede usar cualquier catalizador que proporcione esta función. El catalizador usado en la práctica de esta invención es un ácido de Lewis o Bronsted que tiene una fuerza suficiente para catalizar la reacción de reticulación con una concentración menor que 1% en peso, preferiblemente menor que aproximadamente 5000 partes por millón (ppm) y más preferiblemente menor que 2500 ppm, y tan baja como 100 ppm. El catalizador es resistente a la descomposición en las condiciones usadas para construir la estructura laminada. Preferiblemente, el catalizador se difundirá suficientemente rápido por la resina de PO durante y después del procedimiento de laminación, para poner en contacto los grupos de alcoxililano. Preferiblemente, el catalizador no interferirá con o no deteriorará el rendimiento de la estructura laminada, p. ej., una célula fotovoltaica, durante la vida útil de la estructura. Preferiblemente, el catalizador no interfiere o no deteriora la adherencia de la resina de PO al vidrio. Muchos materiales pueden actuar como catalizadores, que conocen los expertos en la técnica, incluyendo, sin limitación, ácidos sulfónicos aromáticos, compuestos orgánicos de estaño, compuestos orgánicos de titanio, compuestos orgánicos de cinc, y compuestos orgánicos de circonio. Los ejemplos específicos incluyen ácido dodecibencenosulfónico, dilaurato de dibutil-estaño y trineodecanoato de neopentil(dialiloxi)zirconio, producido comercialmente con el nombre comercial de Ken-React NZ01 por Kenrich Petrochemicals.
- 35
- 40
- 45
- 50 En una realización, el catalizador se puede pintar, pulverizar o soldar o aplicar de otra forma en la superficie de la primera capa de PO que es la opuesta a la superficie facial de la primera capa de PO que está en contacto con la capa de vidrio. El catalizador se puede aplicar como una sustancia pura, o se puede, opcionalmente, disolver en un disolvente, dispersar en un vehículo inerte o emulsionar. Después de aplicar el catalizador a la capa de vidrio y formar así una capa de catalizador sobre la primera capa de PO, se aplica la segunda capa de PO a la superficie de la capa de catalizador que es la opuesta a la superficie de la capa de catalizador que está en contacto con la primera capa de PO. El laminado resultante es una estructura de multicapas que comprende capas de vidrio, una primera película de PO que contiene silano, catalizador, y una segunda película de PO que contiene silano. En esta estructura, el catalizador puede difundirse por todas las capas de película para catalizar la reticulación con poca, si hay alguna, interferencia con la reacción entre los grupos silano de la primera capa de PO y los de la capa de vidrio.
- 55

- En otra realización, el catalizador se puede distribuir homogéneamente en una película fina compuesta de una poliolefina que no se ha modificado con grupos funcionales alcoxisilano, y esta película se aplica como una capa de una estructura laminada de multicapas. En una variante preferida de esta realización, la poliolefina de la película que contiene el catalizador es la misma poliolefina que se modifica con grupos alcoxisilano que forma la primera y la segunda capas de PO de la estructura laminada. Por lo tanto, en el procedimiento de laminación para construir la estructura laminada, la poliolefina que contiene los grupos alcoxisilano se pone en contacto con el vidrio, y la película fina que contiene el catalizador se pone en contacto con la película que contiene silano, formando una estructura de sándwich con el vidrio a un lado, la película con catalizador en el otro lado, y la película que contiene silano en el centro. El catalizador puede difundirse desde la película fina a la película que contiene silano para catalizar la reticulación. La película que contiene el catalizador se puede preparar añadiendo el catalizador al polímero fundido en una extrusora. Debido a que esta capa de película particular no está reticulada, la película se prepara suficientemente fina, p. ej., entre 0,1 y 2, preferiblemente entre 0,2 y 2 y más preferiblemente entre 0,3 y 0,5, milímetros (mm), de modo que no afectará de forma perjudicial la resistencia mecánica de la estructura a temperaturas elevadas.
- Los copolímeros poliolefínicos que contienen alcoxisilano, después de reticulación tienen un contenido de gel, medido según la norma ASTM D-2765, de al menos 40, preferiblemente al menos 50 y más preferiblemente al menos 60 e incluso más preferiblemente al menos 70, por ciento. Típicamente, el contenido de gel no supera 90 por ciento.

#### *Estructura laminada*

- Las estructuras laminadas de esta invención son estructuras que comprenden (i) una capa de vidrio, (ii) una primera capa de poliolefina (PO) que contiene alcoxisilano, (iii) una capa de catalizador, y (iv) una segunda capa de poliolefina que contiene alcoxisilano. Estas estructuras se pueden construir por uno cualquiera de una serie de métodos diferentes. Por ejemplo, en un método la estructura se construye simplemente capa sobre capa, p. ej., la primera capa de poliolefina que contiene alcoxisilano se aplica de cualquier forma adecuada sobre el vidrio, seguido de la aplicación de la capa de catalizador a la primera capa de poliolefina que contiene alcoxisilano, seguido de la aplicación de la segunda capa de poliolefina que contiene alcoxisilano a la capa de catalizador. La aplicación de la capa de catalizador a la primera capa de poliolefina que contiene alcoxisilano y la aplicación de la segunda capa de poliolefina que contiene alcoxisilano a la capa de catalizador, puede ser por cualquier procedimiento conocido en la técnica, p. ej., extrusión, calandrado, moldeo por disolución o moldeo por inyección. En otro método, la primera y segunda capas de poliolefinas que contienen alcoxisilano y la capa de catalizador se forman en una estructura de multicapas que después se aplica a la capa de vidrio.

- Los materiales poliméricos usados en la práctica de esta invención, es decir la primera y segunda capas de poliolefinas que contienen alcoxisilano, se pueden usar para construir módulos de dispositivos electrónicos, p. ej., células fotovoltaicas o solares, de la misma forma y usando las mismas cantidades que los materiales encapsulantes conocidos en la técnica, p. ej., tal como se enseña en el documento USP 6.586.271, publicación de solicitud de patente de EE.UU. US2001/0045229 A1, WO 99/05206 y WO 99/04971. Estos materiales pueden ser utilizados como "capas superficiales" para el dispositivo electrónico, es decir se aplican a una o las dos superficies faciales del dispositivo, o bien como un encapsulante en el cual el dispositivo está totalmente encerrado dentro del material. Típicamente, los materiales poliméricos se aplican al dispositivo por la técnica de capa sobre capa descrita antes, pero alternativamente, se puede preparar primero una estructura laminada de multicapas que comprende la capa de catalizador interpuesta entre la primera y la segunda capas de poliolefinas que contienen alcoxisilano, y después aplicarla primero a una superficie facial del dispositivo y después a la otra superficie facial del dispositivo, seguido de la aplicación de una cubierta de vidrio a una o ambas superficies de las estructuras laminadas de multicapas que ahora están adheridas al dispositivo electrónico.

- En otra realización, los materiales poliméricos usados en la práctica de esta invención se pueden usar para construir vidrio de seguridad de la misma forma que se conoce en la técnica. En esta aplicación, típicamente primero se prepara una estructura laminada de multicapas que comprende la capa de catalizador interpuesta entre la primera y la segunda capas de poliolefinas que contienen alcoxisilano, y se lamina a una lámina de vidrio. A esto le sigue la laminación de una segunda lámina de vidrio en la otra superficie facial de la estructura laminada de multicapas, es decir, la película polimérica. Alternativamente, la película polimérica se puede construir capa por capa sobre una de las superficies faciales de la primera capa de vidrio.

Otras aplicaciones en las que es útil el método de esta invención incluyen como sellador para vidrio aislante, como un revestimiento para vidrio (p. ej., para proporcionar una protección para la luz visible o UV) y como un adhesivo general para vidrio.

- Los siguientes ejemplos ilustran mejor la presente invención. A menos que se indique lo contrario, todas las partes y porcentajes son en peso.

#### REALIZACIONES ESPECÍFICAS

##### *Ejemplos Comparativos 1 y 2*



La resina ENGAGE® 8100 (disponible en The Dow Chemical Company) es un copolímero de etileno-octeno con una densidad de 0,87 g/cm<sup>3</sup> y un índice de fluidez de 1 (medido de acuerdo con la norma ASTM D1238). La resina se mezcla con 100 ppm de antioxidante IRGANOX 1076® (3,5-di-(terc)-butil-4-hidroxihidrocinnamato de octadecilo) disponible en Ciba Specialties Chemicals Corporation, y varios otros aditivos identificados en la Tabla 1.

5

Tabla 1

Formulación de la poliolefina		
Componente	Ejemplo Comparativo 1	Ejemplo Comparativo 2
ENGAGE 8100	97,22	97,34
CYASORB UV531	0,3	0,3
CHIMASSORB 944 LD	0,1	0,1
TINUVIN 622 LD	0,1	0,1
WESTON 399	0,2	0,08
Silano (Dow Corning Z-6300)	2	2
LUPEROX-101	0,08	0,08
Catalizador (DBTDL)	0	0,06
<b>Total</b>	<b>100</b>	<b>100</b>

CYASORB UV 531 es un absorbente de luz (2-hidroxi-4-*n*-octoxibenzofenona) disponible en Cytec Industries Inc.

CHIMASSORB 944 LD es un fotoestabilizante oligómero de amina estéricamente impedida (poli[[6-[1,1,3,3-tetrametilbutil]amino]-s-triazina-2,4-diil]-[(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)imino]-hexameten-[(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)imino]]) disponible en Ciba Specialty Chemicals Corporation.

10 TINUVIN 622 LD es un fotoestabilizante de amina estéricamente impedida (ácido butanodioico, éster dimetílico, con 4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-piperidina-etanol) disponible en Ciba Specialty Chemicals Corporation.

WESTON 399 es un estabilizante térmico (trisonilfenil-fosfito) disponible en Chemtura Corporation.

DOW CORNING Z-6300 es un agente de acoplamiento (viniltrimetoxisilano) disponible en the Dow Corning Corporation.

15 LUPEROX-101 es un iniciador de la polimerización (una mezcla de 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi)hexano (60-100% en peso), 3,3,6,6-tetrametil-1,2-dioxaciclohexano (3-7% en peso), y peróxido de di-terc-butilo (0,1-1% en peso) disponible en Arkema Canada Inc.

DBTDL es dilaurato de dibutilestaño, un compuesto de organoestaño usados como un catalizador de polimerización.

20 Se secan pelets de ENGAGE® 8100 a 40°C durante una noche en un secador. Después, se mezclan en seco los pelets y los aditivos, y se ponen en un tambor, y se dan vueltas durante 30 minutos. Después se vierten en el tambor el silano y el peróxido, y se da vueltas a todo durante 15 minutos más. Los materiales bien mezclados después se alimentan a una extrusora de película para el moldeado de película. La película se moldea en una línea de producción de película (extrusora por un solo tornillo Killion, hilera de lámina de 61 cm). Las condiciones del procedimiento se resumen en la Tabla 2.

25

Tabla 2

Condiciones del procedimiento								
			Temperatura (°C)					
RPM	Amp	P de cabezal (kg/cm <sup>2</sup> )	Zona 1	Zona 2	Zona 3	Ext. Ad.	Ad. de boquilla	Boquilla
25	22	205,8	148,9	162,8	176,7	176,7	182	127/140/126

Una película de 460-480 µm de grosor se recoge a 1,62 m/min. La muestra de película se cierra herméticamente en una bolsa de aluminio para evitar la radiación UV y la absorción de humedad. Se ensayan la adherencia al vidrio y la resistencia del material a altas temperaturas (85°C) y los resultados se describen a continuación.

El método usado para el ensayo de adherencia es el ensayo de adherencia a 180°C. La muestra de ensayo se prepara disponiendo la película encima del vidrio, bajo presión, en una máquina de moldeo por compresión. La anchura de adherencia deseada es 2,54 cm. Se coloca una lámina de Teflon entre el vidrio y el material para separar el vidrio del polímero para los fines de este ensayo. Las condiciones para la preparación del vidrio/muestra de película son:

1. 160°C durante 3 min a 907,18 kg
2. 160°C durante 30 min a 3628,74 kg
3. Enfriamiento a temperatura ambiente a 3628,74 kg
4. Sacar la muestra del bastidor y dejarla 48 horas para que el material se acondicione a temperatura ambiente antes del ensayo de adherencia.

La fuerza de adherencia se mide con un sistema de ensayo de materiales (Instron 5581). La velocidad de carga es 5,08 cm/min y los ensayos se llevan a cabo en condiciones ambiente (24°C y 50% de HR). Es necesaria una región de adherencia estable (aproximadamente 5,08 cm) para evaluar la adherencia al vidrio. La relación entre carga de adherencia en la región de adherencia estable y la anchura de la película se expresa como la fuerza de adherencia. Los resultados se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3

<u>Resultados del ensayo de adherencia al vidrio</u>		
	Condiciones del moldeo sobre vidrio	Fuerza de adherencia (N/mm)
Ejemplo Comp. 1	160°C, 1 hora	10
Ejemplo Comp. 2	160°C, 1 hora	0,1

La resistencia (a la tracción) del material a alta temperatura se ensaya de acuerdo con la norma ASTM D638 usando una muestra de tipo dog-bone a 85°C. La velocidad de carga es 5,08 cm/min. El ejemplo comparativo 1 no se pudo ensayar a 85°C porque la película es demasiado blanda a esta temperatura para fijarla. La resistencia a la tracción (tensión máxima) del ejemplo comparativo 2 a 85°C es 0,3 MPa. El ejemplo comparativo 1 muestra que la película extruía sin que el catalizador se adhiriera al vidrio pero no tenía suficiente resistencia a la tracción. El ejemplo comparativo 2 muestra que la película extruida con el catalizador tenía suficiente resistencia a la tracción, pero no se adhería al vidrio.

*Ejemplo de la invención*

La resina ENGAGE® 8200 (disponible en The Dow Chemical Company) es un copolímero de etileno-octeno con una densidad de 0,87 g/cm<sup>3</sup> y un índice de fluidez de 5 (medido de acuerdo con la norma ASTM D1238). Se injerta con VTMS y se moldea en película en una extrusora por un solo tornillo Killion en condiciones similares a las descritas antes. Se ponen 5 capas de la película de poliolefina injertada con VTMS, que pesan un total de 8 g, sobre una lámina de vidrio como se muestra en la figura 1. Se aplican diferentes cantidades de catalizador (Ken-React NZ01 que es trineodecanoato de neopentil(dialiloxi)zirconio producido comercialmente por Kenrich Petrochemicals) entre las capas 4 y 5 usando una jeringa, como se muestra en la figura 4. El nivel más alto de catalizador, 20.000 ppm, se aplica solo, y las concentraciones inferiores de catalizador se aplican en forma de disoluciones de 0,5 ml disuelto en acetato de etilo.

Tabla 4

<u>Cantidades de catalizador añadidas a la estructura de multicapas</u>					
Número de muestra	1	2	3	4	5
Cantidad de catalizador usado (mg)	160	16	8	4	0,8
Concentración de catalizador en la estructura acabada (ppm)	20.000	2.000	1.000	500	100
*La concentración de catalizador se calculó dividiendo la masa del catalizador entre la masa de la película de polímero.					

La adherencia de la película al vidrio se logra mediante el moldeo por compresión usando una prensa Carver calentada. Se colocan una lámina de Teflon tallada en el centro y un bastidor metálico en la parte superior del vidrio limpio, seguido de 5 capas de película, incluyendo el catalizador entre las capas 4 y 5. El esquema de la arquitectura se muestra en la figura 2. El procedimiento de moldeo por compresión es el siguiente:

1. 150°C durante 3 minutos a 907,18 kg;
2. 150°C durante 7 minutos a 3628,74 kg; y
3. Enfriar a temperatura ambiente en condiciones ambiente.

- 5 El ensayo de adherencia se lleva a cabo usando una máquina Instron con una velocidad de carga de 5,08 cm/min en condiciones ambiente (24°C y 50% de HR). La relación de la carga de adherencia frente a la anchura de la película (N/mm) se expresa como la fuerza de adherencia y el ensayo se detiene después de observarse una región de adherencia estable. Los resultados se muestran en la figura 3. La adherencia al vidrio se pierde con el catalizador concentrado a 20.000 ppm, pero mejora cuando la concentración de catalizador se disminuye a 2000 ppm. Se mejora más cuando la concentración de catalizador diluida es inferior a 1000 ppm.
- 10 El análisis del ensayo mecánico dinámico (DMTA) se lleva a cabo usando un ARES con la frecuencia de 10 rad/s y deformación de 0,1% para medir las propiedades viscoelásticas de las muestras en estado sólido en función de la temperatura de -100°C a 200°C. Se añade la muestra sin catalizador como control y las dos muestras con diferentes concentraciones de catalizador se ensayan como comparación. Se ensaya etileno-acetato de vinilo curado (EVA) como valor de referencia. Los resultados se muestran en la Figura 4.
- 15 El módulo de almacenamiento de la muestra de control desciende por encima de 70°C y la medición no se pudo llevar a cabo debido a la deformación térmica de la muestra. El EVA de valor de referencia, curado a 160°C durante 30 minutos hasta un contenido de gel de 89,7% medido de acuerdo con la norma ASTM D2765, presentó una meseta del módulo de almacenamiento a temperaturas superiores a 70°C. Las dos muestras de VTMS-g-EG8200 con catalizador mostraron un comportamiento similar al del EVA curado. La reticulación de estas dos muestras se
- 20 llevó a cabo en agua a 65°C durante una noche y 90°C durante un día. Sus contenidos de gel son comparables - 65,8% para la muestra de 1000 ppm y 63,7% para la otra muestra. Combinado con los resultados del ensayo de adherencia, se prefieren 1000 ppm de catalizador para el EG8200 reticulado con silano para alcanzar las propiedades tanto térmicas como mecánicas y la adherencia al vidrio.
- 25 Aunque la invención se ha descrito con un detalle considerable mediante la descripción precedente, los dibujos y ejemplos, este detalle tiene el propósito de ilustrar. Un experto en la materia puede hacer muchas variaciones y modificaciones sin desviarse del espíritu y alcance de la invención como se describe en las reivindicaciones adjuntas.

## REIVINDICACIONES

1. Un método para hacer una estructura laminada, comprendiendo la estructura (i) una capa de vidrio, (ii) una primera capa de poliolefina (PO) que comprende una PO injertada con un grupo alcoxisilano, (iii) una capa de catalizador, y (iv) una segunda capa de PO que comprende una PO injertada con un grupo alcoxisilano, teniendo cada capa superficies faciales opuestas, y comprendiendo el método las etapas de aplicar en contacto adherente:
- 5
- A. Una superficie facial de la primera capa de PO a una superficie facial de la capa de vidrio;
- B. La capa de catalizador a la superficie facial de la primera capa de PO opuesta a la superficie facial de la primera capa de PO en contacto adherente con la capa de vidrio; y
- 10 C. La segunda capa de PO a la superficie facial de la capa de catalizador opuesta a la superficie facial de la capa de catalizador en contacto adherente con la primera capa de PO.
2. El método de la reivindicación 1, en el que la capa de catalizador se aplica mediante pintado, pulverización o soldado de una composición que comprende el catalizador, sobre una superficie facial de la primera capa de PO.
3. El método de la reivindicación 1, en el que la capa de catalizador es una película que comprende un catalizador homogéneamente distribuido en la película.
- 15 4. El método de la reivindicación 3, en el que la película de la capa de catalizador comprende la misma poliolefina que la de la primera y la segunda capas de PO excepto sin grupos alcoxisilano.
5. El método de la reivindicación 3, en el que la poliolefina injertada en al menos una de la primera y la segunda capas de PO es un copolímero de etileno sustancialmente lineal.
- 20 6. Una estructura laminada que comprende (i) una capa de vidrio, (ii) una primera capa de poliolefina (PO) que comprende una PO injertada con un grupo alcoxisilano, (iii) una capa de catalizador, y (iv) una segunda capa de poliolefina que comprende una PO injertada con un grupo alcoxisilano, teniendo cada capa superficies faciales que se oponen, y:
- A. Una superficie facial de la primera capa de PO en contacto adherente con una superficie facial de la capa de vidrio;
- 25 B. Una superficie facial de la capa de catalizador en contacto adherente con la superficie facial de la primera capa de PO opuesta a la superficie facial de la primera capa de PO en contacto adherente con la capa de vidrio, y
- 30 C. Una superficie facial de la segunda capa de PO en contacto adherente con la superficie facial de la capa de catalizador opuesta a la superficie facial de la capa de catalizador en contacto adherente con la primera capa de PO.
7. La estructura laminada de la reivindicación 6, en la que la primera y la segunda capas de PO comprenden un copolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina que antes del injerto tiene una densidad menor que  $0,91 \text{ g/cm}^3$  y un índice de fluidez menor que  $75 \text{ g/10 min}$ .
- 35 8. La estructura laminada de la reivindicación 6, en la que la capa de catalizador también comprende un copolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina que antes del injerto tiene una densidad menor que  $0,91 \text{ g/cm}^3$  y un índice de fluidez menor que  $75 \text{ g/10 min}$ .
9. La estructura laminada de la reivindicación 6, en la que la capa de catalizador comprende un ácido o base de Lewis o Bronsted.
- 40 10. La estructura laminada de la reivindicación 6, en forma de un panel FV, célula solar, vidrio de seguridad o vidrio aislado.

FIG. 1

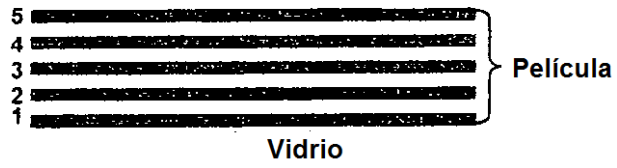


FIG. 2

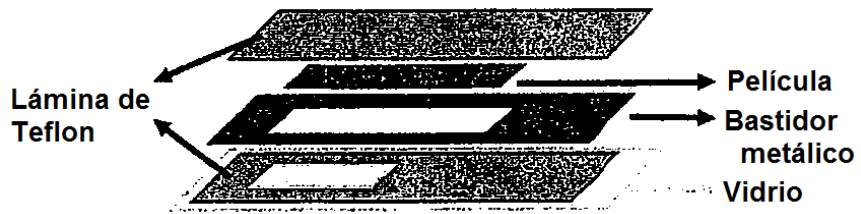


FIG. 3

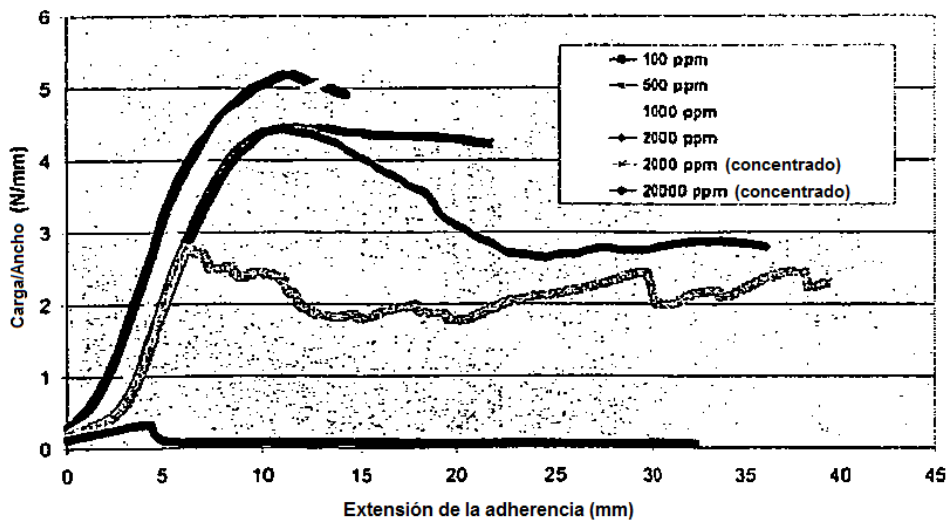


FIG. 4

