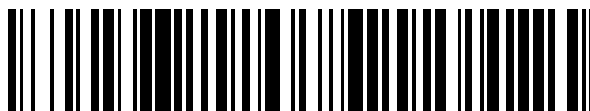


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 496 116**

51 Int. Cl.:

B32B 17/10 (2006.01)

B32B 27/36 (2006.01)

C09J 5/00 (2006.01)

C09J 7/00 (2006.01)

C09J 123/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.03.2005 E 05721566 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.06.2014 EP 1734092**

54 Título: **Adhesivo laminar y estratificados realizados mediante el uso del mismo**

30 Prioridad:

23.03.2004 JP 2004085144

07.05.2004 JP 2004138405

31.08.2004 JP 2004253487

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

18.09.2014

73 Titular/es:

**BRIDGESTONE CORPORATION (100.0%)
10-1, KYOBASHI 1-CHOME, CHUO-KU
TOKYO 104-0031, JP**

72 Inventor/es:

KOMORI, YUSHI

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 496 116 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

Adhesivo laminar y estratificados realizados mediante el uso del mismo

Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un adhesivo en forma de lámina según se define en la reivindicación 1, de utilidad como una capa de adhesivo transparente que se emplea en la preparación de un vidrio reforzado con película o de un vidrio estratificado que tiene una resistencia a los impactos y una resistencia a la penetración (resistencia a ser traspasado) excelentes, y es eficaz en la prevención de crímenes, y que se utiliza en un automóvil, en un vehículo ferroviario, en un edificio y en una vitrina, así como a estratificados tales como un vidrio reforzado con película y un vidrio estratificado preparado mediante el uso de adhesivo.

2. Descripción de la técnica relacionada

15 Como vidrio de uso en el automóvil, especialmente en el parabrisas, se emplea generalmente un vidrio estratificado que tiene una estructura en la que dos placas de vidrio se unen por medio de una capa adhesiva transparente (capa intermedia). La capa de adhesivo transparente esta compuesta, por ejemplo, de PVB (polivinil butiral) o de EVA (acetato de etilenvinilo –“ethylene-vinyl acetate”–), y el uso de la capa de adhesivo transparente mejora la resistencia a la penetración del vidrio estratificado. En caso de que se produzca un impacto externo en el vidrio estratificado, la capa adhesiva transparente evita que el vidrio se rompa por el impacto a raíz de la dispersión, debido a que la capa se adhiere a las piezas del vidrio roto. Incluso si el vidrio estratificado para automóvil es destruido con el propósito de robo o de invasión, la ventanilla del vidrio estratificado no puede ser abierta. En consecuencia, el vidrio estratificado es de utilidad como vidrio para la prevención de crímenes. El vidrio estratificado se describe, por ejemplo, en el documento JP 2002-187746 A.

25 En contraposición, las ventanillas laterales (vidrios laterales) tales como el vidrio de las puertas o un vidrio que se inserta dentro de las ventanillas de los automóviles, son difícilmente destruidos como consecuencia de un accidente de tráfico y, por tanto, los vidrios no precisan de tan excelente resistencia a la penetración como la que tiene el vidrio estratificado anteriormente mencionado. Como resultado de ello, para el vidrio de las puertas se ha venido empleando una placa de vidrio consistente en un vidrio ligeramente reforzado. Sin embargo, en caso de que solo se utilice una tal placa de vidrio para el vidrio de las puertas, el uso trae consigo las siguientes desventajas.

- (1) el vidrio es deficiente en cuanto a su resistencia al impacto y su resistencia a la penetración (resistencia a ser traspasado), en comparación con el vidrio estratificado;
- 30 (2) si el vidrio es destruido con el propósito de robo o invasión, se convierte en muchos fragmentos de vidrio, con lo que se permite que se abra la ventanilla.

En consecuencia, se está investigando también en la actualidad el uso de un vidrio que tiene las características del vidrio estratificado para la ventanilla lateral de un automóvil (por ejemplo, un vidrio de puerta o un vidrio insertado).

35 Como vidrio estratificado, especialmente el vidrio de la puerta de un automóvil, los documentos JP 2002-046217 A y JP 2002-068785 A describen un vidrio reforzado con película en el que una película de plástico se superpone sobre una placa de vidrio por medio de una capa de adhesivo transparente.

40 En consecuencia, es necesario que la capa de adhesivo transparente (es decir, el adhesivo conformado en forma de lámina) que tiene la función de unir dos placas de vidrio entre sí, o una placa de vidrio (para vidrio reforzado con película) a una película de plástico, tenga la adherencia y la resistencia a la penetración excelentes que se han mencionado en lo anterior.

45 Sucede a menudo, en la actualidad, que la contaminación medioambiental de sustancias químicas se convierte en un problema. Es necesario también, por lo tanto, no utilizar las sustancias químicas que traigan consigo contaminación medioambiental en la capa de adhesivo transparente. Por ejemplo, los documentos JP 2002-046217 A y JP 2002-068785 A utilizan 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano como agente de enlace transversal (peróxido orgánico) para enlazar transversalmente un copolímero de etileno-acetato de vinilo, en el Ejemplo. El agente de enlace transversal enlaza transversalmente el copolímero de etileno-acetato de vinilo durante un tiempo relativamente corto con el fin de dar lugar a una lámina que tiene propiedades de adherencia y resistencia a la penetración excelentes. El documento JP 2003-252658 A divulga un vidrio estratificado que comprende una capa superficial consistente en una placa de vidrio, una capa intermedia que consiste en varias láminas de plástico que tienen propiedades a prueba de bala, así como una capa de fondo de la placa de vidrio. Se divulga también un adhesivo para un vidrio reforzado que comprende un copolímero de etileno / acetato de vinilo (EVA –“ethylene / vinyl acetate” –), un peróxido orgánico, un agente de enlace transversal auxiliar y un agente potenciador de la adherencia.

50 El documento JP 2001-310418 A divulga un adhesivo para vidrio reforzado que comprende copolímero de etileno / acetato de vinilo (EVA), peróxido orgánico, un agente de enlace transversal auxiliar y un agente potenciador de la

adherencia.

5 El documento JP 2001-031937 A divulga un material de unión conformado en forma de placa para un vidrio reforzado, que se dispone entre unidades en forma de placa, al menos una de las cuales está hecha de un plástico y térmicamente estabilizada, por lo que efectúa la unión entre las láminas. El material de unión comprende una resina termoestable que comprende un copolímero de etileno / acetato de vinilo (EVA) y que incorpora en su seno un peróxido orgánico, un agente de enlace transversal auxiliar y un agente acelerador de la adherencia.

Compendio de la invención

10 Se ha tenido conocimiento, sin embargo, de que el peróxido orgánico 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano se acumula en el organismo y, por lo tanto, su uso está posiblemente prohibido como consecuencia de la Ley relativa al examen y a la regulación de la fabricación, etc., de sustancias químicas (*Law Concerning the Examination and Regulation of Manufacture etc. of Chemical Substances*). Por otra parte, se requiere que los estratificados tales como el vidrio estratificado presenten una resistencia a la penetración adicionalmente mejorada, de cara a la seguridad frente a la rotura en pedazos.

15 Es, por tanto, necesario encontrar un peróxido orgánico que tenga una estructura básica diferente de la del peróxido orgánico anteriormente mencionado (se considera que hay un problema con la existencia del anillo ciclohexano), que no sea uno de los compuestos mencionados por la Ley, y que enlace transversalmente el EVA para formar una lámina que tenga una excelente adherencia y resistencia a la penetración, particularmente una resistencia a la penetración mejorada como nunca antes.

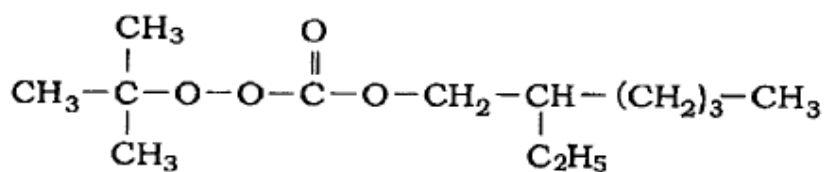
20 En consideración a los anteriores puntos de vista, el propósito de la presente invención consiste en proporcionar un adhesivo conformado en forma de lámina (es decir, una capa de adhesivo transparente), de utilidad para la preparación de un vidrio reforzado con película o un vidrio estratificado que esté libre de contaminación medioambiental.

25 Por otra parte, el propósito de la presente invención es proporcionar un adhesivo conformado en forma de lámina, de utilidad para la preparación de un vidrio reforzado con película o un vidrio estratificado que presente una excelente resistencia a la penetración y una elevada transparencia.

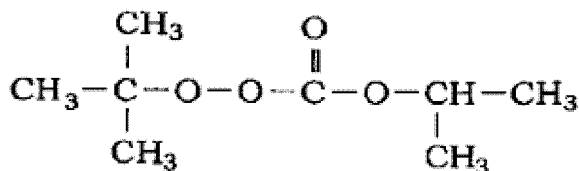
Por otro lado, el propósito de la presente invención consiste en proporcionar un estratificado de utilidad como un vidrio reforzado con película o un vidrio estratificado que tenga una excelente resistencia a la penetración y una elevada transparencia.

30 El anterior propósito se consigue gracias a la presente invención, es decir, a un adhesivo conformado en forma de lámina que comprende copolímero de etileno-acetato de vinilo, peróxido orgánico y trialil(iso)cianurato contenidos en su seno,

de tal manera que el peróxido orgánico es peroxicarbonato que tiene una fórmula I o II:



I



II

35 El peróxido orgánico está contenido en la cantidad de entre 1,0 y 3,0 partes en peso sobre la base de 100 partes en peso del copolímero de etileno-acetato de vinilo, y la relación en peso del peróxido orgánico con respecto al trialil(iso)cianurato está comprendida en el intervalo entre 60:40 y 52:48 (el primero : el último).

Particularmente preferido es el compuesto de la fórmula I debido a que pueden obtenerse fácilmente una elevada proporción de enlaces transversales, una excelente adherencia y una resistencia a la penetración mejorada.

5 El adhesivo conformado en forma de lámina tiene, preferiblemente, un par de curado de entre 90 y 115 N·cm, especialmente de entre 95 y 110 N·cm. El par de curado se determina por el calentamiento de un material en masa que tiene 5 cm³ a 130°C, y comenzando la medición de un par de curado y midiendo un par de curado a los 30 minutos (desde el instante de tiempo de comienzo de la medición), de tal manera que el par de curado se determina de acuerdo con la JIS K 6300-2 (2001). El adhesivo conformado en forma de lámina tiene una excelente resistencia a la penetración. Por otra parte, el adhesivo conformado en forma de lámina tiene, preferiblemente, las siguientes propiedades; es decir, en el caso de que un estratificado que consiste en dos placas de vidrio y el adhesivo en forma de lámina dispuesto entremedias, sea sometido a un ensayo de penetración de acuerdo con la JIS R 3205 (1985), la placa de vidrio exterior del estratificado es penetrada hasta ser traspasada, pero la placa de vidrio interior y el adhesivo en forma de lámina no son penetrados hasta traspasarlos. Por otra parte, se ha revelado por el estudio del presente inventor que es preferible reducir ligeramente la resistencia del adhesivo y aumentar relativamente el par de curado (dureza) con el fin de obtener una excelente resistencia a la penetración. En consecuencia, el adhesivo conformado en forma de lámina de la invención tiene, preferiblemente, el par de curado dentro del intervalo antes mencionado y la resistencia de adhesivo de entre 9,8 y 15 N/cm.

20 El adhesivo conformado en forma de lámina (capa de adhesivo transparente) comprende copolímero de etileno-acetato de vinilo, peróxido orgánico y trialil(iso)cianurato, por lo que pueden obtenerse fácilmente una elevada velocidad de curado, una excelente adherencia y una resistencia a la penetración mejoradas. El peróxido orgánico está contenido en la cantidad de entre 1,0 y 3,0 partes en peso, preferiblemente entre 2,2 y 3,0 partes en peso, sobre la base de 100 partes en peso del copolímero de etileno-acetato de vinilo. El trialil(iso)cianurato está contenido, generalmente, en la cantidad de entre 1,0 y 3,0 partes en peso, preferiblemente entre 1,8 y 2,2 partes en peso, sobre la base de 100 partes en peso del copolímero de etileno-acetato de vinilo. Por otra parte, la relación del peróxido orgánico con respecto al trialil(iso)cianurato está comprendida en el intervalo entre 60:40 y 52:48 (peróxido orgánico : trialil(iso)cianurato). Pueden obtenerse fácilmente, por consiguiente, tanto una resistencia a la penetración como una transparencia (turbidez rebajada) mejoradas.

Una unidad recurrente de acetato de vinilo perteneciente al copolímero de etileno-acetato de vinilo, está generalmente contenida en la cantidad de entre el 20% al 35% en peso, especialmente entre el 24% y el 28% en peso, sobre la base de la cantidad (100 partes en peso) del copolímero de etileno-acetato de vinilo.

30 El adhesivo conformado en forma de lámina de la invención es, preferiblemente, obtenido sometiendo el copolímero de etileno-acetato de vinilo y el peróxido orgánico (si es necesario, utilizando un agente de enlace auxiliar tal como el trialil(iso)cianurato) a un procedimiento de calandrado; o sometiendo un líquido que comprende el copolímero de etileno-acetato de vinilo y el peróxido orgánico (si es necesario, utilizando enlace transversal de forma auxiliar) a un método de revestimiento o a un método de aplicación.

35 El estratificado de la invención comprende dos sustratos transparentes y el adhesivo conformado en forma de lámina entre los dos sustratos transparentes, como se ha mencionado anteriormente, de tal modo que los sustratos transparentes y el adhesivo se integran mediante el curado del adhesivo. En el estratificado, se prefiere que uno de los dos sustratos transparentes consista, preferentemente, en una placa de vidrio y que el otro sea una película de plástico; o que los dos sustratos transparentes sean placas de vidrio. El estratificado que tiene dos placas de vidrio como los dos sustratos transparentes presenta, preferiblemente, una turbidez reducida.

40 Por otra parte, en el adhesivo conformado en forma de lámina, se prefiere que su turbidez cambie poco incluso si su espesor aumenta.

45 En el estratificado, se prefiere que la relación entre la turbidez (H₂) en el caso de que el adhesivo tenga un espesor de 1.600 μm, y la turbidez (H₁) en el caso de que el adhesivo tenga un espesor de 400 μm, esté comprendida en el intervalo entre el 200% y el 290%, independientemente de las condiciones de enfriamiento en la preparación del adhesivo. De esta forma, el estratificado llega a tener una turbidez tal, que apenas cambia con el cambio (fluctuación) del espesor.

La turbidez se determina de acuerdo con la JIS 7105 (1981).

(Efecto de la invención)

50 El agente de enlace transversal (peróxido de hidrógeno) utilizado en el adhesivo conformado en forma de lámina de la invención, se selecciona de entre peróxidos orgánicos conocidos con el fin de estén libres de contaminación medioambiental, y de que tengan unas excelentes adherencia y resistencia a la penetración así como una buena productividad como capa de adhesivo transparente para un vidrio reforzado con película o un vidrio estratificado. En particular, el adhesivo conformado en forma de lámina es capaz de adquirir una turbidez rebajada independientemente del cambio del espesor, mediante el uso del peróxido orgánico y la combinación de este con la formación de enlaces transversales auxiliares en la relación específica. En consecuencia, el adhesivo en forma de lámina y enlazado transversalmente de la invención está libre de contaminación medioambiental y tiene una excelente resistencia a la penetración y una elevada transparencia. De forma similar, el estratificado de la invención,

tal como un vidrio reforzado con película o un vidrio estratificado, que se prepara mediante el uso del adhesivo, está libre de contaminación medioambiental y tiene una excelente resistencia a la penetración y una elevada transparencia.

Breve descripción de los dibujos

- 5 La Figura 1 es una vista en corte que muestra un ejemplo de realizaciones del estratificado de acuerdo con la invención.

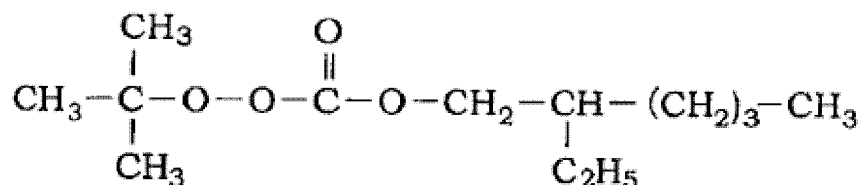
La Figura 2 es una vista en corte que muestra un ejemplo de procedimiento para la preparación del adhesivo conformado en forma de lámina de acuerdo con la invención, por medio de un procedimiento de calandrado.

Descripción detallada de la invención

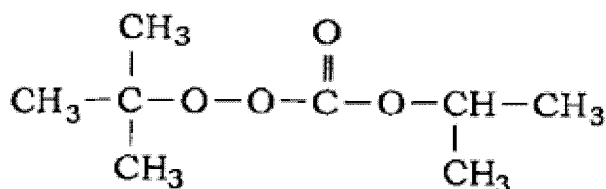
- 10 Un adhesivo conformado en forma de lámina de acuerdo con la invención es una lámina básicamente consistente en copolímero de etileno-acetato de vinilo, el peróxido orgánico específico contenido en su seno, y trialil(iso)cianurato, y es, en particular, excelente como capa de adhesivo transparente de un estratificado tal como un vidrio reforzado con película o un vidrio estratificado.

El peróxido orgánico es un peroxicarbonato que tiene una fórmula I o II:

15



I



II

- 20 Y el peróxido orgánico está contenido en la cantidad de entre 1,0 y 3,0 partes en peso, sobre la base de 100 partes en peso del copolímero de etileno-acetato de vinilo, y la relación en peso del peróxido orgánico con respecto al trialil(iso)cianurato está comprendida en el intervalo entre 60:40 y 52:48 (el primero : el último).

- 25 Mediante el uso del peróxido orgánico específico, el adhesivo adquiere fácilmente una alta proporción de enlaces transversales, una excelente adherencia, una resistencia a la penetración mejorada, así como también una elevada transparencia. Se prefiere, en particular, el compuesto de la fórmula I.

En contraposición con un peróxido orgánico convencional de 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, que es normalmente utilizado para obtener excelentes características, el compuesto de la fórmula I o II no tiene una estructura cíclica semejante a la del peróxido orgánico convencional, sino que consiste en un sistema alifático lineal y un sistema de carbonato y, por tanto, se considera que el compuesto se acumula difícilmente en el organismo.

- 30 El adhesivo conformado en forma de lámina (capa de adhesivo transparente) comprende copolímero de etileno-acetato de vinilo, peróxido orgánico y trialilisocianurato, con el fin de enlazar transversalmente el copolímero de etileno-acetato de vinilo conjuntamente con el peróxido orgánico y el trialil(iso)cianurato, con lo que es posible obtener fácilmente una excelente velocidad de curado, una excelente adherencia y una resistencia a la penetración mejorada, así como también una elevada transparencia (turbidez reducida). En este caso, la relación del peróxido orgánico con respecto al trialil(iso)cianurato está comprendida en el intervalo entre 60:40 y 52:48 (peróxido orgánico : trialil(iso)cianurato).
- 35

El estratificado (generalmente un estratificado transparente) de la invención es un vidrio reforzado con película o un vidrio estratificado obtenido por superposición, sobre una placa de vidrio, de una capa de adhesivo transparente del adhesivo conformado en forma de lámina y una placa de vidrio o una película de plástico, en ese orden.

5 En la Figura 1 se muestra un ejemplo de realizaciones del estratificado de la invención. El estratificado se obtiene mediante la inserción de la capa de adhesivo transparente 12 entre una placa de vidrio 11A y una placa de vidrio 11B, y enlazándolas transversalmente y uniéndolas, de tal modo que la capa de adhesivo transparente 12 consiste, básicamente, en copolímero de etileno-acetato de vinilo que contiene el peróxido orgánico de la fórmula I o II. La placa de vidrio 11B puede ser cambiada por una película de plástico. Puede hacerse referencia a la primera como a un vidrio estratificado y a la última como a un vidrio reforzado con película. Tanto la placa de vidrio 11A como la 11B pueden ser cambiadas por películas de plástico.

10 En el estratificado, las dos placas de vidrio o la placa de vidrio y la película de plástico están fuertemente unidas la una a la otra como consecuencia del uso del adhesivo conformado en forma de lámina como capa de adhesivo transparente, por lo que el material compuesto apenas es penetrado en todo su través en caso de que sufra un impacto importante. En consecuencia, el material compuesto muestra una excelente resistencia a la penetración. 15 Por otra parte, el peróxido orgánico de la invención muestra una elevada velocidad de curado que no es inferior a la del peróxido convencional, y puede prepararse fácilmente.

20 Por otra parte, el peróxido orgánico de la invención está libre de contaminación medioambiental, y el estratificado de la invención obtenido mediante el uso del peróxido está libre de contaminación medioambiental. Por lo tanto, el estratificado de la invención presenta una elevada transparencia y una turbidez reducida. Con mayor detalle, la turbidez del estratificado puede ser reducida en gran medida mediante el uso, particularmente, del peróxido orgánico en la cantidad según se menciona más adelante, y combinando el peróxido orgánico y el trialilisocianurato (TAIC) en la relación que se ha mencionado en lo anterior, y, por otra parte, el estratificado puede adquirir un valor de turbidez relativamente uniforme casi independientemente de la variación del espesor del adhesivo.

25 El estratificado de la invención que tiene una película de plástico por una de sus caras puede haberse diseñado de un modo tal, que tiene comportamientos apropiados tales como la resistencia a los impactos, la resistencia a la penetración y la transparencia, por lo que el estratificado puede utilizarse, por ejemplo, como un vidrio de ventanilla en diversos vehículos y en la construcción, y como una luna de un escarapate y una vitrina.

30 Por otra parte, el estratificado de la invención que tiene placas de vidrio por ambas caras puede haberse diseñado de tal manera que tenga una resistencia a los impactos y una resistencia a la penetración en gran medida mejoradas, por lo que el estratificado puede ser utilizado, por ejemplo, en diversos usos que incluyen un vidrio estratificado.

35 Por otra parte, en el caso de que se confieran propiedades antirreflectantes a la película de plástico en virtud de las cuales el estratificado resultante pueda adquirir propiedades de evitación de la generación de una imagen reflejada así como de la reflexión de una lámpara fluorescente. Además de estas propiedades, pueden conferirse al estratificado las propiedades tales como una resistencia al rayado, una resistencia a la niebla, una conductividad y propiedades antiestáticas mejoradas, así como un alto brillo, una resistencia al disolvente mejorada y una baja permeabilidad.

40 En el estratificado de la invención que tiene una película de plástico por una de sus caras, el cual es, por ejemplo, utilizado en una ventanilla lateral o en un vidrio insertado de un automóvil, la capa de adhesivo transparente tiene, generalmente, un espesor entre 0,1 mm y 1,0 mm, preferiblemente entre 0,2 mm y 0,6 mm, debido a que no es necesario un espesor tan grande como el de un vidrio delantero. Similarmente, el espesor de la película de plástico está, generalmente, comprendido en el intervalo entre 0,02 mm y 2 mm, preferiblemente entre 0,02 mm y 1,2 mm. El espesor de la capa de adhesivo transparente o película de plástico puede modificarse dependiendo de dónde se utilice el vidrio reforzado.

45 La placa de vidrio de la invención comprende, generalmente, vidrio de silicato. El espesor de la placa de vidrio se modifica dependiendo de si se utiliza el vidrio reforzado de la invención. Por ejemplo, en el caso de que se utilice el vidrio reforzado con película con una ventanilla lateral o vidrio insertado de un automóvil, no es necesario que la placa de vidrio tenga el espesor de un parabrisas y, por tanto, su espesor está comprendido generalmente en el intervalo entre 1 mm y 10 mm, preferiblemente entre 0,3 mm y 5 mm. La placa de vidrio se temple con calor o con una resistencia química. 50

En el estratificado de la invención que tiene placas de vidrio en ambas caras, el cual es adecuado para un vidrio delantero de un automóvil, el espesor de la placa de vidrio está comprendido, generalmente, en el intervalo entre 0,5 mm y 10 mm, preferiblemente entre 1 mm y 8 mm.

55 El copolímero de etileno-acetato de vinilo (EVA –“ethylene-vinyl acetate”–) se utiliza como resina orgánica del adhesivo conformado en forma de lámina (capa de adhesivo transparente). Por otra parte, puede utilizarse, de forma secundaria, resina de polivinilacetato (por ejemplo, polivinilformal, polivinilbutiral (PVB), PVB modificado) y/o poli(cloruro de vinilo). Se prefiere el PVB.

En el EVA utilizado en la capa de adhesivo transparente, el contenido de la unidad recurrente de acetato de vinilo está comprendido, preferiblemente, en el intervalo entre 15% y el 40% en peso, preferiblemente entre 20% y el 35% en peso, más preferiblemente entre el 22% y el 30% en peso, y especialmente entre el 24% y el 28% en peso. Cuando el contenido es menor que el 15% en peso, la resina curada a alta temperatura no presenta una transparencia satisfactoria. Por otra parte, cuando el contenido es mayor que el 40% en peso, la resina no es apta para cumplir con la resistencia a los impactos y la resistencia a la penetración requeridas en el vidrio para la prevención de crímenes.

Una composición de resina utilizada en la capa de adhesivo transparente (adhesivo conformado en forma de lámina) comprende EVA y el peróxido orgánico de la fórmula I o II, y puede contener, de manera adicional, diversos aditivos tales como un agente de enlace transversal auxiliar, un agente plastificador y un agente potenciador de la adherencia, en caso necesario.

El peróxido orgánico está contenido en la cantidad entre 1,0 y 3,0 partes en peso, preferiblemente entre 2,2 y 3,0 partes en peso, sobre la base de 100 partes en peso de EVA. Puede obtenerse fácilmente, de esta forma, el estratificado que está libre de contaminación medioambiental y que tiene unas excelentes adherencia y resistencia a la penetración. Por otro lado, el trialil(iso)cianurato está generalmente contenido en la cantidad entre 0,5 y 5,0 partes en peso, preferiblemente entre 1,0 y 3,0 partes en peso, especialmente entre 1,8 y 2,2 partes en peso, sobre la base de 100 partes en peso de EVA. Pueden mejorarse, en consecuencia, la adherencia y la resistencia a la penetración. Trialil(iso)cianurato significa trialilcianurato y trialilisocianurato, y se prefiere, específicamente, el trialilisocianurato. Por otra parte, la relación entre el peróxido orgánico y el trialil(iso)cianurato está comprendida en el intervalo entre 60:40 y 52:48 (peróxido orgánico : trialil(iso)cianurato). Es posible obtener fácilmente, con ello, una resistencia a la penetración mejorada. El espesor de la capa de adhesivo transparente está comprendido, generalmente, en el intervalo entre 10 μm y 2.000 μm , preferiblemente entre 10 μm y 1.000 μm , y especialmente entre 20 μm y 500 μm .

Si bien el estratificado de la invención tiene una excelente transparencia, la turbidez del estratificado se ve particularmente rebajada mediante el uso de entre 2,0 y 3,0 partes en peso de peróxido orgánico y combinando el peróxido orgánico con el trialil(iso)cianurato en la proporción del peróxido orgánico al trialil(iso)cianurato entre 60:40 y 52:48. Por otra parte, una mezcla de peróxido orgánico y trialil(iso)cianurato que satisface la cantidad y la proporción anteriormente mencionadas, se da en forma de líquido y, por tanto, puede ser fácilmente añadida al EVA con el fin de dispersar estos uniformemente en el EVA. Es más, se considera que la mezcla trae consigo puntos de enlace transversal en gran medida incrementados, al objeto de evitar la cristalización del EVA enlazado transversalmente que resulta, por lo que la turbidez puede ser en gran medida reducida.

Por ejemplo, el estratificado que tiene dos placas de vidrio como sustratos transparentes puede haberse diseñado de manera que tenga una turbidez (valor) de entre 0,2 y 0,6. Por otra parte, es también posible que la relación entre la turbidez (H_2) en el caso de que el adhesivo tenga un espesor de 1.600 μm , y la turbidez (H_1) en el caso de que el adhesivo tenga un espesor de 400 μm , esté comprendida en el intervalo entre el 200% y el 290%, preferiblemente entre el 200% y el 260%, independientemente del estado de enfriamiento de la preparación del adhesivo conformado en forma de lámina. A fin de obtener la baja turbidez antes mencionada, se requiere el uso de la composición anteriormente mencionada así como realizar una elección apropiada de los diversos procedimientos para la preparación del estratificado. Por ejemplo, se prefiere optimizar los métodos de calentamiento y las condiciones de calentamiento (por ejemplo, la temperatura) de la mezcla de EVA, etc. Se prefiere, generalmente, que el enfriamiento después del proceso de calentamiento se realice rápidamente con el fin de obtener la baja turbidez.

Como agente plastificante, se emplean generalmente ésteres de ácidos polibásicos y ésteres de alcoholes polihídricos, si bien el agente plastificador puede ser utilizado sin ninguna restricción. Ejemplos de ésteres incluyen dioctil ftalato, dihexil adipato, trietilenglicol-di-2-etilbutilato, butil sebacato, tetraetilen glicol heptanoato, y trietilen glicol dipelargonato. El agente plastificador puede ser utilizado por sí solo o en combinación de dos o más clases. El contenido del agente plastificador se encuentra, generalmente, en una cantidad de no más de 5 partes en peso sobre la base de 100 partes en peso de EVA.

En la invención, se utiliza el compuesto de la fórmula I o II como peróxido orgánico. Sin embargo, pueden emplearse también, de forma secundaria, cualesquiera materiales que puedan ser descompuestos a una temperatura no menor de 100°C para generar un radical(es). El peróxido orgánico se selecciona en consideración a la temperatura de formación de la película, las condiciones para la preparación de la composición, la temperatura de curado (unión), la resistencia al calor del cuerpo que se ha de unir, o la estabilidad del almacenamiento. Especialmente preferidos son los que tienen una temperatura de descomposición de no menos de 70°C dentro de una media vida de 10 horas.

Ejemplos del peróxido orgánico incluyen 2,5-dimetilhexano-2,5-dihidroperóxido, 2,5-dimetil-2,5-(t-butilperoxi)hexano-3-di-t-butilperóxido, t-butilcumil peróxido, 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi)hexano, dicumil peróxido, α,α' -bis(t-butilperoxi-isopropil)benceno, n-butil-4,4-bis(t-butilperoxi)valerato, 1,1-bis(t-butilperoxi)ciclohexano, 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, t-butilperoxibenzoato, benzoil peróxido, t-butilperoxiacetato, peróxido de metil etil cetona, 2,5-dimetilhexil-2,5-bisperoxibenzoato, t-butil hidropéroxido, p-mentano hidropéroxido, p-clorobenzoil peróxido, hidroxihexil peróxido, peróxido de clorohexanona, octanoil peróxido, decanoil peróxido, lauroil peróxido, cumil peroxioctoato, peróxido de ácido succínico, acetil peróxido, m-toluil peróxido, t-butilperoxi-isobutilato, y 2,4-

diclorobenzoil peróxido.

5 La capa de adhesivo transparente contiene, preferiblemente, compuestos que contienen grupos acriloxi, compuestos que contienen grupos metacriloxi y/o compuestos que contienen grupos epoxi, para la mejora o el ajuste de diversas propiedades de la capa (por ejemplo, la resistencia mecánica, la propiedades adhesivas (adherencia), características ópticas tales como la transparencia, la resistencia al calor, la resistencia a la luz, la proporción de enlaces transversales), particularmente para la mejora de la resistencia mecánica.

10 Ejemplos de los compuestos que contienen grupos acriloxi y metacriloxi incluyen, generalmente, derivados de ácido acrílico o de ácido metacrílico, tales como ésteres y amidas de ácido acrílico y ácido metacrílico. Ejemplos del residuo de éster incluyen grupos alquilo lineales (por ejemplo, metilo, etilo, dodecilo, estearilo y laurilo), un grupo ciclohexilo, un grupo tetrahidrofurfurilo, un grupo aminoetilo, un grupo 2-hidroxi etilo, un grupo 3-hidroxi propilo, y un grupo 3-cloro-2-hidroxi propilo. Por otra parte, los ésteres incluyen ésteres de ácido acrílico o de ácido metacrílico con alcohol polihídrico, tal como el etileno glicol, el trietileno glicol, el polipropileno glicol, el polietileno glicol, el trimetilol propano o el pentaeritritol.

Un ejemplo de la amida incluye la acrilamida de diacetona.

15 Ejemplos de compuestos polifuncionales (agentes de enlace transversal auxiliares) incluyen ésteres de varios ácidos acrílicos o ácidos metilacrílicos con alcohol polihídrico tal como el glicerol, el trimetilol propano o el pentaeritritol; y, adicionalmente, cianurato de trialilo e isocianurato de trialilo.

20 Ejemplos de compuestos que contienen el grupo epoxi incluyen el triglicidil tris(2-hidroxi etil)isocianurato, el neopentilglicol diglicidil éter, el 1,6-hexariediol diglicidil éter, el alil glicidil éter, el 2-etilhexil glicidil éter, el fenil glicidil éter, el fenol(etilenoxi)₅glicidil éter, el p-terc-butilfenil glicidil éter, el adipato de diglicidilo, el ftalato de diglicidilo, el metacrilato de glicidilo y el butil glicidil éter.

En la invención, puede utilizarse un agente de acoplamiento de silano para mejorar la resistencia adhesiva entre la capa de adhesivo transparente y la placa de vidrio o la película de plástico.

25 Ejemplos de agente de acoplamiento de silano incluyen el γ -cloropropilmetoxisilano, el viniltrietoxisilano, el vinil-tris(β -metoxietoxi)silano, el γ -metacriloxipropilmetoxisilano, el viniltriacetoxisilano, el γ -glicidoxipropiltrimetoxisilano, el γ -glicidoxipropiltriethoxisilano, el β -(3,4-epoxiciclohexil)etiltrimetoxisilano, el viniltriclorosilano, el γ -mercaptopropilmetoxisilano, el γ -aminopropiltriethoxisilano, y el N- β -(aminoetil)- γ -aminopropiltrimetoxisilano. Los agentes de acoplamiento de silano pueden ser utilizados de forma individual, o en combinación de dos o más clases. El contenido del agente de acoplamiento de silano se encuentra, preferiblemente, en una cantidad de no más de 5 partes en peso sobre la base de 100 partes en peso de EVA.

30 El adhesivo conformado en forma de lámina (capa de adhesivo transparente) de la invención puede ser preparado, por ejemplo, sometiendo a una composición que incluye EVA, peróxido orgánico, trialil(iso)cianurato, etc., a un procedimiento de moldeo convencional tal como moldeo por extrusión o calandrado para conformar un material en forma de lámina. De otro modo, el adhesivo conformado en forma de lámina puede también obtenerse disolviendo la composición que incluye EVA, peróxido orgánico, etc. en un disolvente para formar una solución, y disponiendo como revestimiento, y dejando secar, la solución sobre un soporte apropiado por medio de un dispositivo de revestimiento apropiado, para formar una capa a modo de revestimiento.

35 En la Figura 2 se muestra un ejemplo de procedimientos para la preparación del adhesivo conformado en forma de lámina de la invención por medio del proceso de calandrado. Una composición (materiales en bruto) que incluye EVA, peróxido orgánico, etc., se introduce en una amasadora 11 y es amasada, y, a continuación, la composición amasada 10 es transportada por un transportador 12 para ser introducida en un rodillo de mezcla 13. La composición amasada 10, moldeada en la forma de una lámina por el rodillo de mezcla 13, es transportada por un transportador 14 y alisada mediante unos rodillos de calandrado 15 (un primer rodillo 15A, un segundo rodillo 15B, un tercer rodillo 15C y un cuarto rodillo 15D), y, a continuación, la lámina alisada resultante es extraída por medio de un rodillo de extracción 16. Tras ello, la superficie de la lámina alisada es estampada por un rodillo de estampación 17, y la lámina estampada es enfriada por cinco rodillos enfriadores 18 para preparar una lámina 20, la cual es rebobinada en torno a un carrete 19. El procedimiento de estampación se lleva a cabo en caso de que sea necesario.

40 En el caso de que el adhesivo conformado en forma de lámina (capa de adhesivo transparente), que es la lámina obtenida en lo anterior, se utilice para la preparación del estratificado, el adhesivo es, generalmente, enlazado transversalmente mediante su calentamiento a entre 100°C y 150°C (especialmente, a aproximadamente 130°C) durante entre 10 minutos y una hora. En la preparación del estratificado, la anterior creación de enlaces transversales se lleva a cabo, por ejemplo, por desgasificación de la lámina insertada entre dos sustratos transparentes (generalmente, placas de vidrio), y uniéndolos de forma preliminar (sustrato / lámina / sustrato) unos con otros bajo presión, a entre 80°C y 120°C, tras lo cual se calientan a entre 100°C y 150°C durante 30 minutos (especialmente, aproximadamente a 130°C) durante entre 10 minutos y una hora. El calentamiento se lleva a cabo, preferiblemente, por ejemplo, a 130°C durante 30 minutos (temperatura de la atmósfera). El estratificado enlazado

transversalmente es, generalmente, enfriado a la temperatura ambiental. El enfriamiento se efectúa, preferiblemente, de manera rápida.

Ejemplos de la película plástica que se utiliza en la invención incluyen película de tereftalato de polietileno (PET – “polyethylene terephthalate–), película de naftalato de polietileno (PEN –“polyethylene naphthalate” –) o película de butirato de polietileno. Se prefiere especialmente la película de PET.

Puede proporcionarse una capa de revestimiento duro sobre la película de plástico con el fin de mejorar la resistencia al rayado de la superficie. Como resina para formar la capa de revestimiento duro, puede emplearse, generalmente, una resina susceptible de curarse con UV (ultravioleta) o una resina termoestable. El espesor de la capa de revestimiento duro está comprendido, generalmente, en el intervalo entre 1 μm y 50 μm , preferiblemente entre 3 μm y 20 μm .

Puede emplearse en la invención una resina susceptible de curarse con UV (ultravioleta) conocida. Por otra parte, son utilizables, sin restricción, cualesquiera resinas de bajo peso molecular y polifuncionales adecuadas para formar una capa de revestimiento duro. Ejemplos de materiales para la resina susceptible de curarse con UV incluyen oligómeros tales como oligómero de uretano, oligómero de poliéster y epoxioligómero, los cuales tienen uniones dobles y plurales en cuanto al etileno; así como oligómeros monofuncionales o polifuncionales (monómeros) tales como el tetracrilato de pentaeritritol (PETA –“pentaerythritol tetraacrylate” –), el tetrametacrilato de pentaeritritol y el hexacrilato de dipentaeritritol (DPEHA –“dipentaerythritol hexaacrylate” –). La resina susceptible de curarse con UV consiste, generalmente, en oligómero, fotoiniciador y, si es necesario, diluyente reactivo (monómero), y pueden utilizarse diversos aditivos adicionales. Ejemplos de los diluyentes reactivos incluyen los mencionados en los compuestos que contienen grupos acriloxi, en los compuestos que contienen grupos metacriloxi y/o en los compuestos que contienen grupos epoxi que se utilizan como materiales para la capa de adhesivo transparente. Pueden utilizarse en la invención fotoiniciadores conocidos.

Cada uno de los oligómeros, diluyentes reactivos y fotoiniciadores puede utilizarse individualmente o en combinación de dos o más clases. El contenido del diluyente se encuentra, preferiblemente, en una cantidad de entre 0,1 y 10 partes en peso, particularmente entre 0,5 y 5 partes en peso, sobre la base de 100 partes en peso de resina susceptible de curarse con UV. El contenido del fotoiniciador se encuentra, preferiblemente, en una cantidad de no más de 5 partes en peso sobre la base de 100 partes en peso de resina susceptible de curarse con UV.

Ejemplos de la resina termoestable incluyen resina acrílica reactiva, resina de melamina y resina epoxídica. Puede utilizarse como resina termoestable la resina susceptible de curarse con UV anteriormente mencionada.

En el caso de que se haya formado una capa de revestimiento duro utilizando resina susceptible de curarse con UV, la propia resina susceptible de curarse con UV o una solución que tiene una concentración de resina apropiada, que se obtiene diluyendo la resina susceptible de curarse con UV con un disolvente, se dispone como revestimiento sobre una película apropiada mediante un dispositivo de revestimiento apropiado, y, si se desea, la capa de revestimiento es secada y, a continuación, la capa de revestimiento se expone a los rayos UV de una lámpara de UV, bien directamente o bien a través de una lámina desprendible durante entre unos pocos segundos y unos pocos minutos, a fin de formar una capa de revestimiento duro. En caso de utilizar la lámina desprendible, una vez desgasificada por vacío, la capa dispuesta como revestimiento queda al descubierto. Ejemplos de lámpara de UV incluyen lámparas de mercurio de alta presión, de media presión y de baja presión, así como una lámpara de haluro metálico.

En el caso de que se haya formado una capa de revestimiento duro mediante el uso de resina termoestable, una solución de resina termoestable en un disolvente se dispone como revestimiento sobre una película apropiada mediante un dispositivo de revestimiento apropiado, y, si se desea, se proporciona una lámina desprendible sobre la capa dispuesta como revestimiento, y, a continuación, la capa dispuesta como revestimiento es, tras ser desgasificada por un dispositivo estratificador, curada por calentamiento y unida por calor, bajo presión. Cuando no se utiliza la capa desprendible, se prefiere que, antes del calentamiento por calor, la capa dispuesta como revestimiento se seque durante aproximadamente 60 segundos, a fin de vaporizar el disolvente hasta que la capa dispuesta como revestimiento llegue a estar libre de pegajosidad. Cuando se utiliza la lámina desprendible, también, se prefiere que la capa dispuesta como revestimiento se seque un poco y, a continuación, se proporciona la lámina desprendible.

Puede formarse una capa conductora transparente que comprende metal y/u óxido metálico, sobre la placa de vidrio del estratificado de la invención.

El estratificado de la invención puede prepararse superponiendo sobre una placa de vidrio un adhesivo conformado en forma de lámina y una placa de vidrio o película de plástico con el fin de formar un material compuesto con estructura de emparedado, desgasificando el material compuesto y, a continuación, prensando el material compuesto bajo calentamiento. Si se desea, se forma, tras ello, una capa de revestimiento duro sobre la película de plástico. De otro modo, se dispone como revestimiento un líquido para formar una capa de revestimiento duro, sobre el material compuesto con estructura de emparedado, y se cura mediante radiación UV, y, a continuación, es prensado bajo calentamiento. Después de estos procedimientos, se lleva a cabo el procedimiento de formación de

enlaces transversales anteriormente mencionado.

Puede formarse una capa de barrera sobre la cara lateral del estratificado resultante (especialmente, un vidrio estratificado). La capa de barrera tiene, generalmente, un espesor entre 0,1 μm y 20 μm , preferiblemente entre 1 μm y 10 μm .

- 5 El estratificado preparado según lo anterior puede emplearse para los siguientes usos: un vidrio insertado, una ventanilla lateral (vidrio de puerta) y una ventanilla trasera de un automóvil; un vidrio de puerta de una hoja de puerta para la entrada y salida de pasajeros, un vidrio de puerta para una cámara, así como un vidrio de ventanilla de un vehículo de ferrocarril (por ejemplo, un tren de compartimientos, un tren expreso, un tren especial, un coche cama), un vidrio de ventana y un vidrio de puerta en construcciones tales como edificios, una vitrina para exposición, y un vidrio de escaparate. El estratificado se emplea, preferiblemente, como una ventanilla lateral, un vidrio insertado para ventanilla lateral, y una ventanilla trasera de un automóvil, así como un vidrio de ventanilla de un vehículo ferroviario, especialmente como ventanilla lateral y vidrio insertado para un vidrio de puerta de un automóvil.

- 15 El adhesivo conformado en forma de lámina y enlazado transversalmente (curado) de la invención tiene unas excelentes adherencia y resistencia a la penetración, según se ha mencionado anteriormente. La resistencia a la penetración puede evaluarse como par de curado, el cual indica, por ejemplo, la dureza del adhesivo conformado en forma de capa. El par de curado se determina calentando un material en masa que tiene 5 cm^3 a 130°C, y comenzando la medición de un par de curado y midiendo un par de curado a los 30 minutos mediante el uso de un medidor de par de curado (del tipo IV; disponible en la JSR Corp.), de tal manera que el par de curado se determina de acuerdo con la JIS K 6300-2 (2001). El adhesivo conformado en forma de lámina tiene, preferiblemente, un par de curado de entre 90 N·cm y 115 N·cm, especialmente entre 95 N·cm y 110 N·cm, por lo que muestra un excelente comportamiento en comparación con el adhesivo convencional. Por otra parte, el adhesivo conformado en forma de lámina tiene, preferiblemente, las siguientes propiedades; es decir, en el caso de que un estratificado consista en dos placas de vidrio, y de que el adhesivo en forma de lamina situado entremedias se someta a un ensayo de penetración de acuerdo con la JIS R 3205 (1985), la placa de vidrio exterior del estratificado es penetrada a todo su través, pero la placa de vidrio interior y el adhesivo conformado en forma de lámina no son penetrados a su través.

- 20 Por otra parte, de acuerdo con el estudio del presente inventor, se prefiere reducir ligeramente la resistencia del adhesivo e incrementar relativamente el par de curado (dureza) con el fin de obtener una excelente resistencia a la penetración. En consecuencia, el adhesivo conformado en forma de lámina de la invención tiene, preferiblemente, el par de curado comprendido en el intervalo antes mencionado y la resistencia adhesiva de entre 9,8 N/cm y 15 N/cm, especialmente entre 12 N/cm y 15 N/cm.

La invención se ilustra en detalle utilizando los siguientes Ejemplos.

EJEMPLOS

[Ejemplo 1; Calandrado]

- 35 Se trataron materiales en bruto que tienen la siguiente formulación mediante un procedimiento de calandrado según se muestra en la Figura 2, a fin de preparar un adhesivo transparente en forma de lámina (espesor: 400 μm). Los materiales en bruto se amasaron a 80°C durante 15 minutos, de manera que los rodillos de calandrado estaban a una temperatura de 80°C y la velocidad de tratamiento era 5 m/min.

(Formulación para formar el adhesivo en forma de lámina)

- | | | |
|----|---|----------------------|
| 40 | EVA (contenido de acetato de vinilo: 25% en peso) | : 100 partes en peso |
| | Agente de enlace transversal (t-butilperoxi-2-etilhexilcarbonato) | : 2,5 partes en peso |
| | Agente de enlace transversal auxiliar (trialilisocianurato) | : 2,0 partes en peso |
| | Agente de acoplamiento de silano (3-metacriloxipropil trimetoxi silano) | : 0,5 partes en peso |

<Preparación de un vidrio estratificado>

- 45 Se prepararon dos placas de vidrio de silicato que tenían un espesor de 5 mm, que fueron previamente lavadas y secadas, a modo de placas de vidrio. Se insertó el adhesivo conformado en forma de lámina entre las dos placas de vidrio, y las placas de vidrio, provistas del adhesivo, se colocaron en el interior de una caja de caucho para ser desgasificadas en un vacío y, a continuación, unidas de forma preliminar a 110°C, bajo presión. Los vidrios unidos se introdujeron en un horno y se calentaron a 130°C durante 30 minutos, tras lo cual se enfriaron de tal forma que la temperatura de la atmósfera se hacía descender a una velocidad de 20/min, a fin de preparar un estratificado (vidrio estratificado) de acuerdo con la invención.

[Ejemplo 2; Calandrado]

<Preparación de un vidrio estratificado>

5 El adhesivo conformado en forma de lámina que se obtuvo en el Ejemplo 1 se insertó entre dos placas de vidrio del Ejemplo 1, y las placas de vidrio, provistas del adhesivo, se colocaron dentro de una caja de caucho para ser desgasificadas en un vacío y, a continuación, se unieron preliminarmente a 110°C, bajo presión. Los vidrios unidos se introdujeron en un horno y se calentaron a 130°C durante 30 minutos, para ser enfriados a continuación de un modo tal, que la temperatura de la atmósfera se hacía descender a una velocidad de 0,4/min, a fin de preparar un estratificado (un vidrio estratificado) de acuerdo con la invención.

[Ejemplo 3; Revestimiento]

Se prepararon dos placas de vidrio de silicato que tenían un espesor de 5 mm, que fueron previamente lavadas y secadas, a modo de placas de vidrio.

10 Se dispuso una solución de revestimiento de la formulación siguiente, para formar un adhesivo en forma de lámina y transparente, revistiendo una de las placas de vidrio al objeto de formar un adhesivo transparente en forma de lámina (espesor: 400 µm). Se preparó, de esta forma, una placa de vidrio que tenía el adhesivo en forma de lámina y transparente.

(Formulación de solución de revestimiento para formar el adhesivo en forma de lámina)

15	EVA (contenido de acetato de vinilo: 25% en peso)	: 100 partes en peso
	Agente de enlace transversal (t-butilperoxi-2-etilhexilcarbonato)	: 2,5 partes en peso
	Agente de enlace transversal auxiliar (trialilisocianurato)	: 2,0 partes en peso
	Agente de acoplamiento de silano (3-metacriloxipropil trimetoxi silano)	: 0,5 partes en peso
	Tolueno	: 400 partes en peso

20 <Preparación de un vidrio estratificado>

25 Se superpuso la otra placa de vidrio sobre el adhesivo conformado en forma de lámina y transparente de la placa de vidrio resultante que tenía el adhesivo en forma de lámina y transparente, y las placas de vidrio, provistas del adhesivo, se colocaron dentro de una caja de caucho para ser desgasificadas en un vacío, y, a continuación, fueron unidas de forma preliminar a 110°C, bajo presión. Los vidrios unidos se introdujeron en un horno y se calentaron a 130°C durante 30 minutos, para ser enfriados a continuación de un modo tal, que la temperatura de la atmósfera se hacía descender a una velocidad de 20/min, a fin de preparar un estratificado (un vidrio estratificado) de acuerdo con la invención.

[Ejemplo 4; Revestimiento]

<Preparación de vidrio estratificado>

30 Se superpuso la otra placa de vidrio del Ejemplo 3 sobre el adhesivo conformado en forma de lámina y transparente de la placa de vidrio resultante que tenía el adhesivo en forma de lámina y transparente obtenido en el Ejemplo 3, y las placas de vidrio, provistas del adhesivo, se colocaron dentro de una caja de caucho para ser desgasificadas en un vacío, y, a continuación, fueron unidas de forma preliminar a 110°C, bajo presión. Los vidrios unidos se introdujeron en un horno y se calentaron a 130°C durante 30 minutos, para ser enfriados a continuación de un modo tal, que la temperatura de la atmósfera se hacía descender a una velocidad de 0,4/min, a fin de preparar un estratificado (un vidrio estratificado) de acuerdo con la invención.

[Ejemplo de comparación 1; Calandrado]

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 1, a excepción de que se utilizaron, como agente de enlace transversal, 2 partes en peso de 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, en lugar del t-butilperoxi-2-etilhexilcarbonato.

40 [Ejemplo de comparación 2; Calandrado]

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 2, a excepción de que se utilizaron, como agente de enlace transversal, 2 partes en peso de 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, en lugar del t-butilperoxi-2-etilhexilcarbonato.

<Evaluación del estratificado y del adhesivo conformado en forma de lámina>

(Par de curado)

45 Se preparan materiales en masa en la cantidad de 5 cm³ de la misma manera que en los Ejemplos 1 a 4 y en los Ejemplos de comparación 1 y 2. Se determina el par de curado calentando cada uno de los materiales en masa y en la cantidad de 5 cm³ a 130°C, y comenzando la medición de un par de curado y midiendo un par de curado transcurridos 30 minutos desde el instante de tiempo de inicio, mediante el uso de un medidor de par de curado (tipo IV, disponible en la JSR Corp.). El par de curado fue determinado de acuerdo con la JIS K 6300-2-2001.

(Resistencia a la penetración)

Las láminas transparentes (Ejemplos 1 a 4 y Ejemplos de comparación 1 y 2) obtenidas al insertar el adhesivo en forma de lámina entre dos placas de vidrio, se someten a un ensayo de penetración de acuerdo con la JIS R 3205 (1985). La resistencia a la penetración se evaluó como sigue:

- 5 A: La placa de vidrio exterior (placa impactada) del estratificado es traspasada en todo su espesor, pero la placa de vidrio interior y el adhesivo en forma de lámina no son traspasados en todo su espesor.
- C: La placa de vidrio exterior del estratificado es traspasada en todo su espesor, y la placa de vidrio interior y el adhesivo conformado en forma de lámina son también traspasados en todo su espesor.

(Resistencia adhesiva)

- 10 Se preparan estratificados de la misma manera que en los Ejemplos 1 a 4 y en los Ejemplos de comparación 1 y 2, excepto que se utiliza película de PET que tiene un espesor de 50 μm . Los estratificados se cortan para preparar piezas de ensayo que tienen una anchura de 2,5 cm y una longitud de 10 cm. Las piezas de ensayo se someten a la medición de la resistencia al desprendimiento a 180° entre la placa de vidrio y el adhesivo, a una velocidad de tracción de 100 mm/min y a una temperatura de $22 \pm 5^\circ\text{C}$, mediante el uso de una máquina de ensayo de tracción.
- 15 Se miden tres piezas de ensayo por cada Ejemplo para ofrecer, como resistencia adhesiva, el valor medio. La medición se lleva a cabo de conformidad con la JIS K 6854 (1994).

(Turbidez)

- 20 Las turbideces de los estratificados preparados en los Ejemplos 1 a 4 y en los Ejemplos de comparación 1 y 2, se miden de acuerdo con la JIS 7105 (1981). Con mayor detalle, se miden los valores de turbidez de tres piezas de ensayo de cada Ejemplo mediante el uso de la Color Computer SM-5 (disponible en la Suga Test Instruments Co., Ltd.). Se ofrece como turbidez el valor medio de las tres piezas de ensayo.

(Relación de turbidez)

- 25 Se preparan estratificados de la misma manera que en los Ejemplos 1 a 4 y en los Ejemplos de comparación 1 y 2, a excepción de que se cambia el espesor del adhesivo conformado en forma de lámina a 400 μm y 1.600 μm . Se obtienen dos turbideces de los estratificados (para 400 μm y 1.600 μm) de cada Ejemplo de la misma manera que anteriormente, y se calcula su porcentaje.

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

Ejemplo	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. co. 1	Ej. co. 2
(1) Par de curado (N·cm)	108	107	107	107	92	93
(2) Resistencia a la penetración	A	A	A	A	C	C
(3) Resistencia adhesiva (N/cm)	13	14	14	13	16	16
(4) Turbidez	0,2	0,6	0,2	0,6	0,2	0,6
(5) Relación de turbidez	230	270	250	290	300	300

- 30 Los resultados anteriores muestran, aparentemente, que los adhesivos conformados en forma de lámina o estratificados de los Ejemplos 1-4 de acuerdo con la invención presentan un par de curado aumentado, una resistencia a la penetración mejorada y una turbidez rebajada, y, además, indican una escasa variación de la turbidez. Aunque son un poco inferiores a los del Ejemplo de comparación 1 en cuanto a la resistencia adhesiva, satisfacen un grado práctico de resistencia adhesiva y muestran una resistencia a la penetración mejorada.

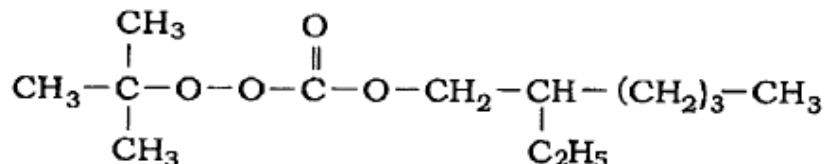
35 **Aplicabilidad industrial**

- El adhesivo conformado en forma de lámina de la invención está libre de contaminación medioambiental y muestra una resistencia a la penetración y una transparencia mejoradas, tras la formación de enlaces transversales. En consecuencia, el estratificado tal como vidrio reforzado con película o vidrio estratificado, preparado utilizando el adhesivo conformado en forma de lámina, también está libre de contaminación medioambiental y presenta una
- 40 resistencia a la penetración y una transparencia mejoradas.

REIVINDICACIONES

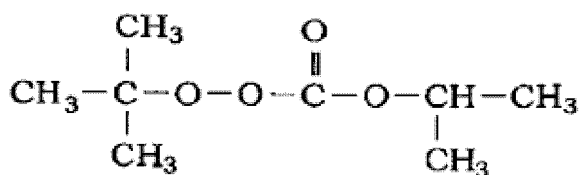
1.- Un adhesivo conformado en forma de lámina que comprende copolímero de etileno-acetato de vinilo, peróxido orgánico y trialil(iso)cianurato, contenidos en su seno,

en el que el peróxido orgánico es un peroxicarbonato que tiene una fórmula I o II:



I

5



II

10 de tal modo que el peróxido orgánico está contenido en la cantidad de entre 1,0 y 3,0 partes en peso, sobre la base de 100 partes en peso del copolímero de etileno-acetato de vinilo, y la relación en peso del peróxido orgánico con respecto al trialil(iso)cianurato está comprendida en el intervalo entre 60:40 y 52:48 (el primero : el último).

2.- Un adhesivo conformado en forma de lámina de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual una unidad recurrente de acetato de vinilo, perteneciente al copolímero de etileno-acetato de vinilo, está contenida en la cantidad de entre el 20% y el 35% en peso sobre la base de 100 partes en peso del copolímero de etileno-acetato de vinilo.

15 3.- Un adhesivo conformado en forma de lámina de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, que se obtiene sometiendo el copolímero de etileno-acetato de vinilo que contiene el peróxido orgánico, a un procedimiento de calandrado.

20 4.- Un adhesivo conformado en forma de lámina de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, que se obtiene sometiendo un líquido que comprende el copolímero de etileno-acetato de vinilo que contiene el peróxido orgánico, a un procedimiento de disposición como recubrimiento.

5.- Un estratificado que comprende dos sustratos transparentes y, entre ellos, el adhesivo conformado en forma de lámina de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, de tal manera que los sustratos transparentes y el adhesivo están integrados por curado del adhesivo.

25 6.- Un estratificado de acuerdo con la reivindicación 5, en el cual uno de los dos sustratos transparentes es una placa de vidrio y el otro es una película de plástico.

7.- Un estratificado de acuerdo con la reivindicación 5, en el cual los dos sustratos transparentes son placas de vidrio.

30 8.- Un estratificado de acuerdo con la reivindicación 5, en el cual la relación entre la turbidez (H_2) en el caso en que el adhesivo tiene un espesor de 1.600 μm , y la turbidez (H_1) en el caso en que el adhesivo tiene un espesor de 400 μm , está comprendida en el intervalo entre el 200% y el 290%, independientemente del estado de enfriamiento en la preparación del adhesivo, siendo la turbidez medida de conformidad con la JIS 7105 (1981).

FIG.1

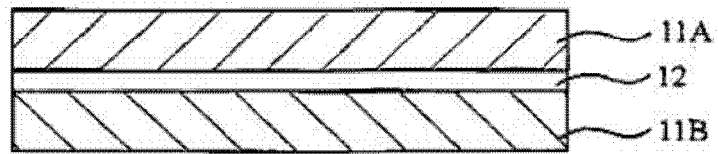


FIG.2

