

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 540 261**

51 Int. Cl.:

**C08F 290/06** (2006.01)

**C08F 290/14** (2006.01)

**G02F 1/17** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.06.2006 E 06773658 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.03.2015 EP 1901909**

54 Título: **Materiales y procedimientos para mejorar propiedades de emulsiones y películas de SPD**

30 Prioridad:

**08.07.2005 US 697419 P**

**20.06.2006 US 471321**

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

**09.07.2015**

73 Titular/es:

**RESEARCH FRONTIERS INCORPORATED  
(100.0%)  
240 CROSSWAYS PARK DRIVE  
WOODBURY NEW YORK 11797, US**

72 Inventor/es:

**CHAKRAPANI, SRINIVASAN;  
SAXE, ROBERT L. y  
SLOVAK, STEVEN M.**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

Observaciones :

**Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 540 261 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**

Materiales y procedimientos para mejorar propiedades de emulsiones y películas de SPD

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere, en general, a válvulas de luz de dispositivos de partículas en suspensión (SPD) y a emulsiones y películas hechas de tales emulsiones para su uso en tales válvulas de luz de SPD. En particular, la presente invención se refiere a (1) emulsivos que, cuando se añaden a una emulsión de SPD, sirven para mejorar la estabilidad de la emulsión y/o las características de rendimiento de una película de SPD hecha de la misma, así como (2) a procedimientos para mejorar la estabilidad de una emulsión de SPD y/o las características de rendimiento de una película de SPD hecha de la misma mediante el uso de un emulsivo de acuerdo con la invención al formar las emulsiones usadas en la fabricación de tales películas.

**Antecedentes de la invención**

15 Las válvulas de luz se han conocido durante más de setenta años para la modulación de luz y por ello son conocidas en la técnica. Tal como se usa aquí el término, "válvula de luz" se define como una celda formada por dos paredes separadas entre sí por una distancia pequeña, siendo al menos una de ellas transparente; paredes que tienen electrodos en ellas usualmente en forma de revestimientos eléctricamente conductores transparentes. La celda contiene un elemento modulador de la luz, que puede ser una suspensión líquida de partículas o, preferiblemente, una película de plástico en la que están distribuidas gotitas de una suspensión líquida de partículas.

20 La suspensión líquida (denominada aquí a veces "suspensión de válvula de luz líquida" o simplemente una "suspensión de válvula de luz") comprende partículas pequeñas en suspensión en un medio suspensivo líquido. En ausencia de un campo eléctrico aplicado, las partículas de la suspensión líquida asumen posiciones al azar debido al movimiento browniano. Por ello se refleja un haz de luz que pasa a la celda, se transmite o absorbe, dependiendo de la estructura de la celda, la naturaleza y concentración de las partículas y la energía contenida en la luz. Así, la válvula de luz es usualmente relativamente oscura en estado DESACTIVADO. Sin embargo, cuando se aplica un campo eléctrico a través de la suspensión de la válvula de luz líquida de la válvula de luz, las partículas se alinean y, para muchas suspensiones, la mayor parte de la luz puede pasar a través de la celda. Así, en estado ACTIVADO, la válvula de luz es relativamente transparente. Las válvulas de luz del tipo descrito aquí son conocidas también como "dispositivos de partículas en suspensión" o ("SPD")

30 Se ha propuesto el uso de las válvulas de luz para su uso en numerosas aplicaciones, incluyendo, sin limitación, por ejemplo pantallas alfanuméricas y de televisión, ventanas, techos solares, visores solares, filtros, juguetes, ropa, espejos, cristales de gafas, y similares para controlar la cantidad de luz que pasa a través de ellos o que es reflejada de los mismos, según sea el caso.

35 Para muchas aplicaciones, como se entenderá bien en la técnica, es preferible para el material que se ha de activar, esto es, el elemento modulador de la luz o el "material activable" que sea una película de plástico, no una suspensión líquida. Por ejemplo, en una válvula de luz usada como ventana de transmisión variable de luz, es preferible una película de plástico en la que se distribuyen gotitas de una suspensión líquida, a una suspensión de líquido sola porque los efectos de la presión hidrostática, por ejemplo, el pandeo asociado con una suspensión alta de líquido se pueden evitar usando una película, y también se puede evitar el riesgo de posible escape. Otra ventaja de usar una película de plástico es que, en una película de plástico, las partículas generalmente están presentes sólo dentro de gotitas muy pequeñas y, por ello, no se aglomeran sensiblemente cuando la película se activa repetidamente con un voltaje. El término "película de válvula de luz" tal como se usa aquí se refiere a una película que tiene gotitas de una suspensión líquida de partículas distribuidas en la película.

45 La patente U.S. nº. 5.409.734 ejemplifica una película de válvula de luz que está hecha por separación de fase de una solución homogénea. También son conocidas las películas de válvula de luz hechas por emulsiones de reticulación. Véanse las patentes U.S. nº. 5.463.491 y nº. 5.463.492, ambas cedidas al cesionario de la presente invención e incorporadas a la memoria. El documento EP 0 908 758 A2 describe una película moduladora de luz ultravioleta, curable por radiación, para una válvula de luz, y un método para fabricar la película. El documento WO 2004/092807 A2 está dirigido a una película de válvula de luz de SPD que incorpora medios suspensivos novedosos, y una válvula de luz que incorpora la película de válvula de luz de SPD. El documento WO 02/35281 A1 describe películas de SPD y válvulas de luz que comprenden las películas de SPD.

50 Lo que sigue es una breve descripción, a fines ilustrativos de la invención, de los componentes de una suspensión de válvula de luz representativa.

**1. Medios suspensivos líquidos y estabilizadores**

55 Una suspensión de válvula de luz líquida para su uso en la presente invención puede ser cualquier suspensión de válvula de luz líquida conocida en la técnica y se puede formular de acuerdo con técnicas bien conocidas por un

experto en la técnica. El término "suspensión de válvula de luz líquida" significa, como se ha indicado antes, "un medio suspensivo líquido" en el que están dispersadas una pluralidad de pequeñas partículas. El "medio suspensivo líquido" comprende uno o varios líquidos no acuosos eléctricamente resistentes en el(los) que preferiblemente está disuelto al menos un tipo de estabilizador polimérico que actúa para reducir la tendencia de las partículas a aglomerarse y mantenerlas dispersadas y en suspensión.

Las suspensiones de válvula de luz líquidas útiles en la presente invención pueden incluir cualquiera de los medios suspensivos líquidos previamente propuestos para su uso en válvulas de luz para suspender las partículas. Entre los medios suspensivos líquidos conocidos en la técnica que son útiles en la invención figuran, no limitativamente, medios suspensivos líquidos descritos en las patentes U.S. n.º. 4.247.175 y n. 4.407.565, que también se incorporan aquí por referencia. En general, uno o ambos de los medios suspensivos líquidos o el estabilizador polimérico disuelto en el mismo se selecciona para mantener las partículas en suspensión en equilibrio gravitacional.

El estabilizador polimérico, cuando se emplea, puede ser un tipo singular de polímero sólido que se une a la superficie de las partículas pero que también se disuelve en uno o varios de los líquidos no acuosos del medio suspensivo líquido. Alternativamente, uno o varios de los estabilizadores poliméricos sólidos pueden servir como sistema estabilizador polimérico. Por ejemplo, las partículas se pueden revestir con un primer tipo de estabilizador polimérico sólido tal como una nitrocelulosa que, efectivamente, proporciona un revestimiento de superficie plana para las partículas. Posteriormente las partículas revestidas se vuelven a revestir con uno o varios tipos de estabilizador polimérico sólido que se une o asocia al primer tipo de estabilizador polimérico sólido y que también se disuelve en el medio suspensivo líquido proporcionando a las partículas dispersión y protección estérica. También se pueden usar estabilizadores poliméricos líquidos para impartir ventajas, en especial en películas de válvula de luz de SPD, como se describe en la patente U.S. n.º. 5.463.492 mencionada antes.

Los estabilizadores poliméricos descritos antes están confinados a las suspensiones líquidas y sirven para reducir la tendencia de las partículas a aglomerarse y para mantener las partículas dispersadas y en suspensión. Estos estabilizadores poliméricos no deben confundirse con los emulsivos de la presente invención que, sin embargo, son estabilizadores poliméricos de una clase diferente que tienen una finalidad totalmente diferente, como se considera y discute más adelante.

## 2. Partículas

En una suspensión de válvula de luz se pueden usar partículas inorgánicas y orgánicas y tales partículas pueden ser absorbentes o reflectoras de luz.

Aunque con la presente invención se pueden usar muchos tipos de partículas, debido al gran cuerpo del conocimiento de la técnica anterior que se refiere al uso de partículas de polihaluro en suspensiones de SPD líquidas, las válvulas de luz de SPD usualmente han empleado partículas de polihaluro anisotrópicas de tamaño coloidal. El término "coloidal", tal como se usa aquí, significa que las partículas generalmente tienen una dimensión máxima que de media es de aproximadamente 1 micrómetro o menos. Preferiblemente, la dimensión mayor de la mayoría de las partículas usadas en una suspensión de válvula de luz debe ser inferior a una mitad de la longitud de onda de la luz azul, esto es, 2000 angströms o menos, para mantener la dispersión de luz extremadamente baja. Tal como se usa aquí, el término "anisométrico", que se refiere a forma de partícula, significa que al menos una dimensión de una partícula es mayor que otra dimensión, por ejemplo, la longitud de la partícula es mayor que su anchura o su diámetro según pueda ser el caso.

Como se ha mencionado antes, es preferible usar una película de plástico como material activable, esto es, la unidad moduladora de luz de una válvula de luz de SPD. En el tipo preferido de película de SPD, gotitas de muy pequeño tamaño de suspensión líquida están distribuidas en una matriz de polímero reticulado. Tal película se produce a partir de una emulsión que comprende (1) un polímero de matriz reticulable líquido; (2) gotitas de suspensión líquida que son inmiscibles con el polímero de matriz reticulable líquido; y (3) una cantidad efectiva de un fotoiniciador. La reticulación (esto es, curado) puede obtenerse por una variedad de medios que dependen del polímero matriz, por ejemplo, sometiendo la emulsión a calor, o a radiación de un haz de electrones o radiación ultravioleta. Si se emplea el curado por calor, se usaría un catalizador en vez de un fotoiniciador. Con el fin de evitar la confusión e intensificar la comprensión de la presente invención, en lo que sigue se discute la invención sólo en términos de reticulación de la emulsión sometiéndola a la radiación ultravioleta, entendiéndose que, como se ha indicado antes, hay disponibles para su uso una variedad de técnicas adicionales de reticulación.

Se dan a conocer tipos avanzados de emulsiones de SPD y películas de SPD y métodos para producirlas en la patente U.S. n.º. 6.900.923 B2 (Chalcrapani y otros), que se incorpora a esta memoria en su totalidad por referencia. La patente de Chalcrapani y otros describe películas de SPD hechas a partir de una emulsión que comprende (1) una matriz de polímero que comprende poli(difenil dimetil siloxano) y un monómero reticulable tal como 3-acriloxipropilmetil dimetoxi silano; (2) una suspensión líquida constituida por partículas de polímero revestidas con polímero de nitrocelulosa y dispersadas en un líquido polimérico tal como poli(metacrilato de laurilo); y (3) un fotoiniciador tal como Irgacure 819 (asequible de CIBA Specialty Chemicals). Cuando se retícula la matriz

sometiendo una capa de la emulsión a radiación UV, se forma una película de SPD. Opcionalmente se pueden usar como parte de la suspensión líquida ciertos otros polímeros descritos por la patente de Chakrapani y otros. En la técnica anterior son bien conocidos métodos para producir partículas de poliyoduro coloidal con polímero de nitrocelulosa, que se pueden dispersar en cualquier medio suspensivo líquido adecuado como, no limitativamente, un éster líquido tal como poli(metacrilato de laurilo). Sin que ello signifique limitación alguna, véase la patente U.S. n.º. 5.516.463 titulada "Method of Making Light-Polarizing Particles", cedida al cesionario de la presente invención e incorporada aquí por referencia.

Hasta ahora no se ha encontrado que sea necesario emplear un emulsivo separado para hacer una emulsión de SPD razonablemente más estable que la proporcionada por una emulsión bien mezclada curada rápidamente después de revestir con la emulsión un sustrato. Sin embargo, las razones dadas a conocer aquí, un emulsivo, que es un material preferiblemente un líquido (aunque a veces un gel o un sólido), se pueden usar ventajosamente en una emulsión de SPD. Una primera parte o segmento del emulsivo usualmente es soluble en una fase de una emulsión, pero insoluble en la segunda fase de la emulsión, y una segunda parte del emulsivo usualmente tiene las características de solubilidad opuestas a las de la primera parte del mencionado material. A causa de estas propiedades de solubilidad, un emulsivo coadyuva a que las dos fases inmiscibles de una emulsión sean más compatibles entre sí, lo que tiene el efecto de estabilizar la emulsión. Como se discute más detalladamente más adelante, sin embargo, un material puede servir satisfactoriamente como emulsivo incluso si su solubilidad es algo diferente de la descrita en este párrafo, con tal que sus segmentos tengan características apropiadas de acuerdo con las de los emulsivos de la invención.

Se ha observado que si no se reviste y cura suficiente rápidamente una emulsión mixta de viscosidad relativamente baja, hay tendencia a que las gotitas de una emulsión de SPD no curada experimenten coalescencia con el tiempo formando gotas de mayor diámetro. Aunque la coalescencia de gotitas puede producirse a viscosidades más altas, tal coalescencia tiene lugar más rápidamente si la viscosidad de la emulsión es relativamente baja, por ejemplo de 5.000 centipoises o menos a 25°C. La viscosidad de una emulsión puede modificarse aumentando o rebajando el peso molecular de uno o varios polímeros usados en la emulsión. Además, para revestir la película en la producción masiva puede ser deseable a veces rebajar la viscosidad de la emulsión no curada con la que se cura un sustrato sobre una red móvil, por ejemplo, por calentamiento de la emulsión, lo que rebajaría su viscosidad y con ello aceleraría el proceso de coalescencia de la gota. También, el proceso de producción masiva de película de SPD sobre una red móvil puede consumir en sí una cuantía de tiempo considerable lo que podría dar a las gotitas más tiempo para crecer por coalescencia antes de que se produjera el curado. La coalescencia rápida de gotitas se produce si el segundo sustrato transparente revestido por conductividad eléctrica se aplica a la emulsión no curada que reviste el sustrato transparente opuesto revestido por conducción antes de ser curado.

Los inventores han dado cuenta también de que, en general, películas de SPD por lo demás idénticas que comprenden gotitas de un tamaño medio relativamente pequeño, por ejemplo gotitas de un diámetro de 1-2,5 micrómetros, tienen propiedades de rendimiento superiores en comparación con películas de SPD que comprenden gotitas de mayor tamaño medio, por ejemplo de 12,5 micrómetros o más, cuando se activan con el mismo voltaje e igual frecuencia. Específicamente, las películas que comprenden las gotitas de tamaño medio relativamente pequeño presentan una transmisión en estado desconectado significativamente más bajo (más oscuro), un intervalo de transmisión de luz más alto y una turbidez en estado conectado más baja que las películas que comprenden gotitas de tamaño medio relativamente mayor.

Consecuentemente, sería muy deseable tener un emulsivo que retardara la coalescencia de las gotitas incluso a temperaturas elevadas.

En la patente U.S. n.º. 5.463.492, cedida al cesionario de la presente invención, se describen un polímero matriz líquido de SPD y el método para sintetizarlo, comprendiendo el polímero (1) una cadena principal que es insoluble en el medio suspensivo líquido de las gotitas y (2) grupos polímeros salientes que son solubles en el medio suspensivo líquido. A causa de su estructura, el polímero de matriz líquido que se describe en la columna 10 de la patente U.S. n.º. 5.463.492 se denomina "emulsivo de copolímero reticulable". Las líneas 11-12 de la columna 10 exponen una de sus ventajas reivindicadas. "Así, el emulsivo de copolímero reticulable no requiere el uso de un emulsivo separado".

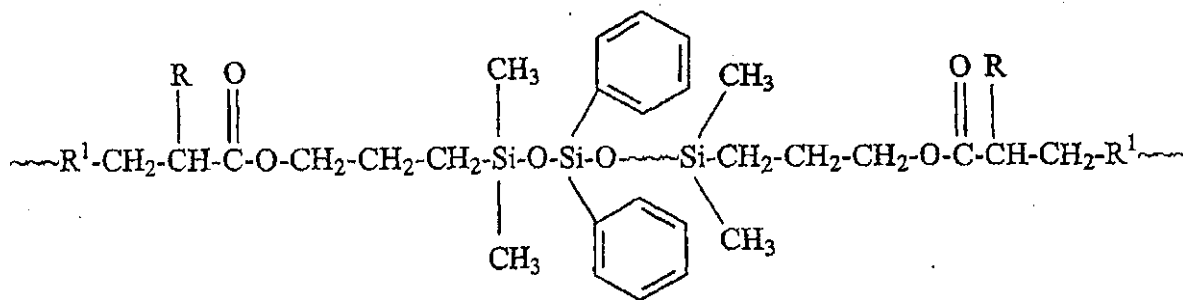
Se ha encontrado, sin embargo, que el emulsivo de copolímero reticulable tiene varios inconvenientes serios. Es muy difícil y caro sintetizarlo y obtenerlo. También, su vida hasta caducidad es mala. Si el copolímero se degrada puede no poder utilizarse. Además, al formularlo la cuantía en que se puede usar es limitada, un problema que se puede evitar si en vez de ello, para estabilizar una emulsión se usara un emulsivo no reticulable separado

Se ha sentido así durante mucho tiempo una gran necesidad de un emulsivo separado capaz de estabilizar emulsiones del tipo descrito en la patente U.S. n.º. 6.900.923 B2 mencionada antes. Esta necesidad es satisfecha por un emulsivo de acuerdo con la invención sin incurrir en los inconvenientes de los emulsivos de la técnica anterior descritos antes.

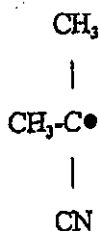
**Sumario de la invención**

En una realización, la invención está dirigida a un emulsivo separado y mejorado para formar una película de acuerdo con la reivindicación 1 adaptada para su uso en un dispositivo de partículas en suspensión, película que está constituida por un polímero de matriz reticulado que tiene una pluralidad de gotitas de una suspensión líquida de válvula de luz distribuidas en ella. El emulsivo está formado por un material de copolímero que comprende como mínimo un primer segmento y un segundo segmento, en el que los segmentos difieren entre sí en al menos una de sus afinidades químicas, sus composiciones y sus polaridades. Un primer segmento de los segmentos es soluble en un polímero de matriz líquido no curado usado en la formación de la película, pero insoluble en un medio suspensivo líquido en el que están dispersadas las gotitas. Un segundo segmento de los segmentos es soluble en el medio suspensivo líquido de las gotitas e insoluble en el polímero de matriz líquido no curado. Los segmentos primero y segundo tienen sustancialmente el mismo índice de refracción, estando el índice de refracción de los segmentos dentro de 0,010 del de cada fase de una emulsión formada en el emulsivo. El primer segmento comprende un material seleccionado entre el grupo constituido por orgaosiloxanos lineales, orgaosiloxanos ramificados, grupos alquilo lineales, grupos fluoroalquilo lineales y grupos fluoroalquilo ramificados. El segundo segmento, a su vez, comprende un material seleccionado entre el grupo constituido por ésteres lineales, ésteres ramificados, (net)acrilato lineal, (met)acrilato ramificado, amida lineal, amida ramificada, amina lineal, amina ramificada, grupos epoxi lineales, grupos epoxi ramificados, grupos lineales que comprenden grupos hidroxilo o ácido y grupos ramificados que comprende grupos hidroxilo o ácido. El emulsivo se adapta para prevenir sustancialmente la coalescencia de las gotitas de la suspensión líquida de válvula de luz durante la formación de la película retardando el crecimiento de las gotitas.

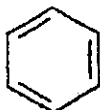
En otra realización, la invención está dirigida a un emulsivo para su uso en la formación de una película adaptada para inclusión de un dispositivo de suspensión de partículas, emulsivo representado por la siguiente fórmula



en la que R representa un resto iniciador



y R<sup>1</sup> representa un segmento polimérico de (met)acrilato de alquilo y en la que



representa un grupo fenilo.

En otra realización, la invención está dirigida a un procedimiento para mejorar la estabilidad de una emulsión usada en la formación de una película adaptada para su uso en un dispositivo para suspensión de partículas según se reivindica en la reivindicación 15, que comprende formar la película usando un emulsivo como de ha descrito antes.

La invención se puede usar también para mejorar las características de rendimiento de una película adaptada para su uso en un dispositivo de partículas en suspensión, que comprende formar la película con un emulsivo según se

ha descrito antes.

**Descripción detallada de la invención**

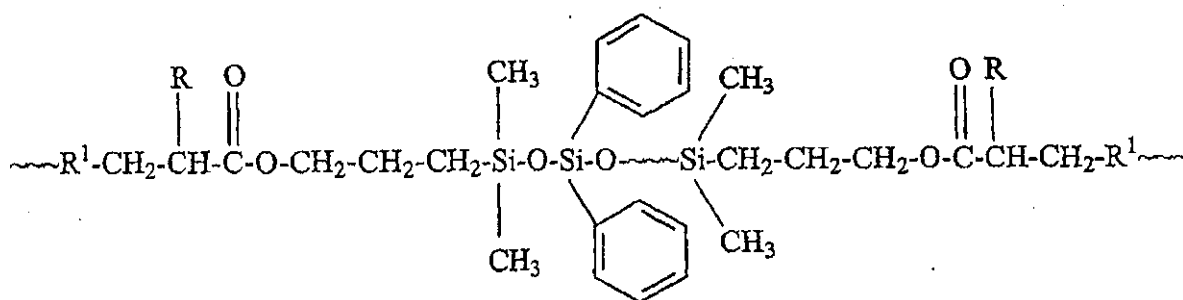
La invención comprende por tanto un emulsivo mejorado para su uso en la formación de películas reticuladas usadas en dispositivos de SPD tales como válvulas de luz. El emulsivo comprende un primer segmento y un segundo segmento, que difieren entre sí en al menos una de sus afinidades químicas, sus composiciones y sus polaridades. El primer segmento de los segmentos es soluble en la porción de polímero de matriz líquido no curado del material formador de película, pero que permanece insoluble en el medio suspensivo líquido de las gotitas. El segundo segmento es soluble en el medio suspensivo líquido de las gotitas pero insoluble en el polímero de matriz líquido. En la realización descrita aquí, el primer segmento comprende un material seleccionado entre el grupo constituido por organosiloxanos lineales, organosiloxanos ramificados, grupos alquilo lineales, grupos alquilo ramificados, grupos fluoroalquilo lineales y grupos fluoroalquilo ramificados, estando constituido el segundo segmento por un material seleccionado entre el grupo constituido por ésteres lineales, ésteres ramificados, (met)acrilato lineal, (met)acrilato ramificado, amida lineal, amida ramificada, amina lineal, amina ramificada, grupos epoxi lineales, grupos epoxi ramificados, grupos lineales que comprenden grupos hidroxilo o ácidos y grupos ramificados que comprende grupos hidroxilo o ácidos.

En una realización, pese a las solubilidades de sus segmentos, el emulsivo considerado en su totalidad es sustancialmente soluble en el polímero de matriz líquido y sustancialmente insoluble en el medio suspensivo líquido cuando se mezcla separadamente con ambos líquidos. En otra realización, el emulsivo globalmente es sustancialmente soluble en el medio suspensivo líquido y sustancialmente insoluble en el polímero de matriz líquido cuando se mezcla separadamente con ambos líquidos. En realizaciones alternativas, el emulsivo en conjunto puede ser soluble o insoluble, respectivamente, en ambas fases de la emulsión cuando se ensaya separadamente en cada fase, mientras que actúa como un emulsivo eficaz cuando se combinan ambas fases de la emulsión.

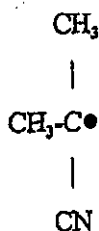
Además, con el fin de evitar una turbidez creciente de la emulsión resultante, se requiere adicionalmente en emulsivos de acuerdo con la invención que los dos segmentos tengan sustancialmente el mismo índice de refracción, que sería sustancialmente el mismo índice de refracción que el del polímero de matriz y el medio suspensivo líquido. El emulsivo tiene un índice de refracción dentro de 0,010 de cada fase de la emulsión, preferiblemente dentro de 0,005 de uno al otro y, más preferiblemente, dentro de 0,002 de uno al otro.

Cualquier emulsivo que se haya formado a partir de los materiales indicados, que satisfaga los requerimientos de solubilidad e índice de refracción descritos antes, caería dentro del ámbito de la invención. Se presentan seguidamente ejemplos específicos no limitativos de emulsivos. En general, ajustando adecuadamente el peso molecular y/o la composición de cada segmento del polímero de la manera que entendiera un experto en la técnica de cualificación normal, es posible alcanzar las características de solubilidad del emulsivo antes mencionadas.

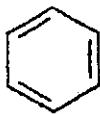
En una realización particular, el emulsivo sería el producto principal de la síntesis descrita en el Ejemplo 1 de la memoria que se da seguidamente,



en la R representa un resto de iniciador



y R<sup>1</sup> representa segmentos poliméricos de (met)acrilato de alquilo tales como polímero de metacrilato de laurilo-co-HEMA). y en la que



representa un grupo fenilo.

5 Como se ha descrito en el Ejemplo 1, son posibles otras estructuras o mezclas de estructuras que comprenden una minoría de productos de reacción.

Con el fin de satisfacer las demandas de solubilidad con el polímero de matriz, un segmento del copolímero de emulsivo consiste en un poliorganosiloxano con grupos fenilo salientes de manera que se proporcione un índice de refracción a 25°C en el intervalo de 1,4630 a 1,4800. También, la composición porcentual en peso del poliorganosiloxano del copolímero de emulsivo podría estar en el intervalo de 35% a 65% en peso. El peso molecular del segmento de siloxano puede estar, por ejemplo, en el intervalo de 10.000 a 30.000 daltons. Análogamente, el(los) segmento(s) de (met)acrilato del emulsivo podrían consistir en (met)acrilatos de alquilo C<sub>6</sub> o más altos que fueran solubles en poli(metacrilato de laurilo) y tuvieran un peso molecular de 1500-6000 daltons y un índice de refracción apropiado (RI) que proporcionara/confiriera a la molécula de emulsivo final un (RI) de 1,4730 ±0,005 como ejemplo no limitativo. La composición porcentual en peso del segmento de (met)acrilato en el emulsivo global podría estar en el intervalo de 35-65%. El segmento (met)acriato podría ser un homopolímero de (met)acrilatos de alquilo C<sub>6</sub> o más alto o un copolímero con 2-hidroxietilmetacrilato, y el polímero y los grupos alquilo de este segmento pueden ser lineales o ramificados, cuando sea posible.

### Ejemplos

20 Los siguientes ejemplos se presentan con fines ilustrativos y no han de interpretarse como limitativos de la invención de alguna manera.

En el Ejemplo 1 se describe un método para sintetizar un emulsivo polimérico usado de acuerdo con la presente invención. El Ejemplo describe además cómo se incorporó el emulsivo en la invención y el tipo de medidas que se tomó.

### 25 Ejemplo 1

#### Síntesis y evaluación de

#### Polímeros difenildimetil siloxano-co-metacrilato de laurilo/2-hidroxietilmetacrilato como emulsivos para un sistema emulsivo de SPS

30 Con el fin de intensificar la estabilidad de emulsiones de SPD basadas en difenildimetil siloxanos y copolímeros al azar de metacrilato de laurilo ("LMA")/2-hidroxietilmetacrilato ("HEMA" o "2-HEMA"), se sintetizó un copolímero en un proceso en dos etapas que daría un segmento siloxano con grupos fenilo salientes y un segmento que contenía copolímero al azar de LMA/HEMA

#### Procedimiento general para la síntesis del emulsivo copolímero

35 La primera etapa en la síntesis del emulsivo implica preparar el segmento siloxano del emulsivo que comprende difenil terminado en disilanol (14-18% en peso de dimetil (86-82% en peso) siloxano (el principal componente de síntesis de polímero de matriz) y hacer que reaccione con 3-acriloxipropildimetilmtoxosilano. El segmento siloxano del emulsivo es similar al segmento de siloxano del polímero de matriz de la patente de Chakrapani y otros antes mencionada, excepto por omitir el 3-acriloxipropildimetilmtoxosilano normalmente usado como material de reticulación en el polímero de matriz. En su lugar en el emulsivo se usa para este segmento un nuevo componente, a saber 3-acriloxipropildimetilmtoxosilano, que se usa para terminar las cadenas de siloxano. Esta reacción proporciona cadenas de siloxano a las que usualmente se puede agregar una funcionalidad reactiva (met)acrilato en cada extremo de la cadena, reacción que se puede realizar en una segunda etapa de polimerización para unir el copolímero al azar de LMA/HEMA a las cadenas de siloxano. La configuración de copolímero resultante podría ser (1) un polímero de tipo bloque que tiene tres bloques lineales, esto es, que tiene una estructura A-B-A; o (2) un polímero de bloque lineal A-B si un extremo de la cadena de siloxano está rematado en el extremo de manera que un extremo de esta cadena sea reaccionable; o (3) un polímero "de escala" que tiene una cadena de siloxano unida a dos cadenas LMA/HEMA puente; o (4) cantidades pequeñas de poli(LMA/HEMA) y/o copolímero u homopolímero poli(organosiloxano), según sea el caso, si las cadenas están rematadas (terminadas) antes de reaccionar con su otro segmento activo previsto; o (5) una mezcla dos o más de los mencionados polímeros o copolímeros. Los emulsivos así sintetizados se purificaron haciéndolos pasar a través de una unidad de destilación de paso corto a

80-100°C a 266 kPa para eliminar impurezas volátiles que, si no se eliminan, podrían contaminar la emulsión y cualquier película de SPD hecha con los mismos. Son conocidas en la técnica etapas adicionales para eliminar más impurezas de la emulsión, que opcionalmente también se pueden emplear.

5 Los copolímeros resultantes se usaron a diferentes concentraciones en peso (sobre la base del peso de la emulsión de SPD) en la emulsión de SPD. La emulsión en SPD se agitó y se revistieron con ella sustratos de plástico de poli(tereftalato de etileno) revestidos con óxido de indio-estaño ("ITO") y se midió usando un microscopio el crecimiento del tamaño de las gotitas sobre estos sustratos con respecto al tiempo a diferentes temperaturas. Este tipo de sustrato se usa a conveniencia a pares con un material activable emparedado entre los sustratos formando una válvula de luz.

#### 10 Procedimiento específico para síntesis del emulsivo de copolímero

El procedimiento para la síntesis de un emulsivo se ejemplifica más adelante describiendo algunos de los experimentos. Otros emulsivos se sintetizaron usando un procedimiento similar, pero incorporando condiciones que cambiaban el peso molecular de uno o ambos segmentos del emulsivo.

#### **Etapa 1**

##### 15 Síntesis del segmento de siloxano

En un matraz de 3 bocas, de 500 ml, de fondo redondo se cargó el siguiente material. 50 g de difenilsiloxano-terminado en disilanol-dimetilsiloxano purificado y 200 ml de heptano. Se usó un puerto para mezcla mecánica, el segundo se usó para montar el conjunto de destilación de Dean-Stark y el tercera puerto para puerto de muestreo. La mezcla de reacción se mantuvo a reflujo durante 30 min. Al final de los 30 min se introdujeron 0,04 g de catalizador octoato estannoso (II) y 2 g de 3-acriloxipropildimetilmetoxisilano ("3-Ac") y se continuó el reflujo durante 20 90 min. Al final de los 90 min, la temperatura se redujo a 80°C y se introdujeron 15 ml de trimetilmetoxisilano para rematar extremos de cadena que no habían sido encabezados. La reacción de terminación final se hizo en 60 min. Al final de esta reacción la mezcla de reacción se vertió en 250 ml de etanol en un vaso de precipitados de 1 l. A esta mezcla agitada se añadieron 250 ml de metanol y se continuó la agitación durante 10 min más. El contenido 25 del vaso se pasó a un embudo separador de 1 l para separación de capas. Después de dejar en reposo durante aproximadamente 12 h, se separó la capa del fondo y se evaporó por rotación, obteniéndose el segmento de siloxano del emulsivo para la incorporación del segmento de metacrilato.

El rendimiento después de evaporación rotatoria fue de 39,4 g y el polímero resultante tenía un índice de refracción de 1,4734. El peso molecular numérico medio, Mn, del polímero era 20.500 daltons.

#### 30 **Etapa 2**

##### Síntesis del emulsivo de copolímero

En un matraz de 250 ml, de 3 bocas se cargaron los materiales siguientes: 11,5g del segmento siloxano (preparado (como en la etapa 1), 16,06 g de metacrilato de laurilo (LMA), 0,35 g de HEMA y 0,3 g de 1-hexanotiol. Luego se añadieron a esta mezcla 20 ml de tolueno desgasado (por burbujeo de nitrógeno). Para agitar la mezcla de 35 reacción durante el período entero de reacción se usó un agitador magnético de tamaño apropiado. Un puerto del matraz se usó para condensar el disolvente de reflujo y el segundo puerto se usó para introducir un termómetro para controlar la temperatura de reacción, usándose el tercero para muestreo.

Se burbujeó nitrógeno en el transcurso entero de la reacción. La mezcla de reacción se calentó a 75°C, temperatura a la que se introdujeron 0,05 g de iniciador 2,2'-azobisisobutironitrilo ("AIBN") en 10 ml de tolueno. La temperatura de reacción se mantuvo a 80°C durante 20 h. Luego la mezcla de reacción se mantuvo a reflujo durante 2 horas 40 más para descomponer cualquier iniciador de radicales AIBN in reaccionar. La mezcla de reacción se evaporó luego por rotación para obtener el copolímero. El copolímero evaporado por rotación se hizo pasar a través de una unidad de destilación de paso corto (spd) a 100°C a 266 kPa de presión. El rendimiento después de tratamiento por spd era de 22,9 g. El índice de refracción del copolímero era 1,4695. El peso molecular a pico máximo, Mp, del 45 segmento metacrilato del copolímero era 7500. El copolímero tenía un color iridescente.

#### **Etapa 3**

##### Evaluación del copolímero como emulsivo para sistema de emulsión de SPD.

Se hicieron de los mismos componentes de emulsión dos formulaciones de emulsión de idéntica composición, pero una contenía el emulsivo y la segunda, sin emulsivo (que servía como control). El emulsivo se incorporó a una 50 concentración de 2% en peso de la emulsión. Los viales que contenían la emulsión se pusieron en un horno a 65°C durante 10 minutos para que la emulsión se equilibrara a esta temperatura. Luego se agitaron rápidamente las emulsiones para extenderse sobre sustratos de PET revestidos con ITO como revestimientos de 50 µm en húmedo. Los tamaños (diámetros) de las gotitas sobre los revestimientos se midieron rápidamente al microscopio y el



5 sustrato se devolvió al horno durante períodos de tiempo de calentamiento extendidos como se menciona en la Tabla 2. Cada vez que se sacó el sustrato del horno, se midieron rápidamente los tamaños y el sustrato se repuso rápidamente en el horno. En la Tabla 2 se midieron microscópicamente los tamaños medios de gotitas de emulsión no curada que comprendía 0 y 2% en peso de emulsivo respectivamente, a tiempo cero, esto es, justo después de mezclar la emulsión y también después d 2, 5 y 30 min.

10 La tabla indica que debido a una velocidad más lenta de coalescencia de las gotitas que tienen un tamaño medio inicial de 1-2,5 micrómetros después de 2, 5 y 30 min, crecieron mucho menos en cuanto a tamaño si se usó 2% en peso de emulsivo menos que si no se usa emulsivo. En la Tabla 3 siguiente se dan datos separados para películas de SPD curadas después de los tiempos mostrados. En general, para un tiempo antes del curado, el tamaño medio de gotita disminuye a medida que la cantidad de emulsivo aumenta. También, el intervalo de transmisión de luz ( $\Delta T$ ) aumenta a medida que disminuye el tamaño de gotita, esto es, a medida que la cantidad de emulsivo aumenta. Además, se ha encontrado que la cantidad deseable de emulsivo aumenta a medida que disminuye el tamaño medio de gotita, lo que se cree que está relacionado con el hecho de que, para un peso de emulsión dado, el área superficial de gotitas hechas a partir de ella aumenta inversamente con el diámetro medio de gotita. Por ello, si el tamaño medio de gotita fuera sólo de 1 micrómetro de diámetro cuando se cura una emulsión, la cantidad deseada de emulsivo podría ser tan grande como de 4% en peso de la emulsión. La concentración de emulsivo de la presente invención, para cualquier realización, no está limitada a 4% en peso.

## Ejemplo 2

### Etapa 1

#### Síntesis del segmento de siloxano

20 Se cargaron los materiales siguientes en un matraz de fondo redondo de tres bocas, de 500 ml: 50 g de difenilsiloxano-dimetilsiloxano terminado en disilano y 200 ml de heptano. Un puerto se usó para mezcla mecánica, el segundo puerto se usó para montar el conjunto de condensador de Dean-Stark y el tercer puerto se usó como puerto de muestreo. La mezcla de reacción se mantuvo a reflujo durante 30 min. Al final de los 30 min se introdujeron 0,04 g de catalizador octoato estannoso (II) y 2,0 g de 3-acriloxipropildimetilmetoxisilano ("Ac") y se continuó el reflujo durante 90 min. Al cabo de 115 mi la temperatura se redujo a 80°C y se introdujeron 15 ml de trimetilmetoxisilano para rematar extremos de cadena que no habían sido rematados terminalmente por 3-Ac. La reacción de rematado terminal se realizó en 60 min. Al final de esta reacción la mezcla de reacción se vertió en 250 ml de etanol en un vaso de precipitados de 1 l y se agitó. El matraz de reacción se enjuagó con 50 ml de heptano y el líquido se añadió al vaso de 1 l. A la mezcla agitada se añadieron 250 ml de metanol y se continuó la agitación durante 10 min más. El contenido del vaso se pasó luego a un embudo separador de 1 l para separación de capas. Después de dejar en reposo durante aproximadamente 12 horas, se separó una capa del fondo y se evaporó por rotación, obteniéndose el segmento de siloxano del emulsivo para incorporación del segmento de metacrilato.

35 El rendimiento después de evaporación por rotación fue de 46 g y el polímero obtenido tenía un índice de refracción de 1,4711. El peso molecular numérico medio,  $M_n$ , del polímero era 29.650 daltons.

### Etapa 2

#### Síntesis del emulsivo del copolímero

40 En un matraz de 500 ml, de tres bocas se cargaron los siguientes materiales: 23 g del segmento de siloxano (preparado como en la anterior etapa 1), 32,12 g de metacrilato de laurilo (LMA), 0,715 g de 2-HEMA y 1,25 g de hexanotiol. Luego se usó durante el período de reacción entero un agitador magnético de tamaño apropiado para agitar la mezcla de reacción. Se usó un puerto del matraz para condensar el disolvente de reflujo, usándose el segundo puerto para introducir un termómetro para controlar la temperatura de reacción; el tercer puerto se usó para muestreo.

45 Se hizo burbujear nitrógeno en el transcurso de la reacción. La mezcla de reacción se calentó a 75°C, a la que se introdujeron 0,125 g de iniciador 2,2'azobisisobutironitrilo ("AIBN") en 20 ml de tolueno. La temperatura de la reacción se mantuvo a 80°C durante 20 horas. Luego se mantuvo a reflujo la mezcla de reacción durante 2 horas más para descomponer cualquier iniciador de radicales libres AIBN sin reaccionar. La mezcla de reacción se evaporó por rotación para obtener el copolímero. El copolímero evaporado por rotación se hizo pasar a través de una unidad de destilación de paso corto (spd) a 100°C a 266 kPa de presión. El rendimiento después de spd fue de 50 48,01 g. El índice de refracción del copolímero era de 1.4660. El  $M_p$  del segmento metacrilato del copolímero era 5200. El copolímero tenía un color iridescente.

## Ejemplo 3

### Etapa 1

#### Síntesis del segmento siloxano

Se cargaron los materiales siguientes en un matraz de fondo redondo de dos bocas, de 2 l: 200 g de difenilsiloxano-dimetilsiloxano terminado en disilano purificado y 800 ml de heptano. Un puerto se usó para mezcla mecánica, el segundo puerto se usó para montar el conjunto de condensador de Dean-Stark y el tercer puerto se usó como puerto de muestreo. La mezcla de reacción se mantuvo a reflujo durante 60 min. Al final de los 90 min se introdujeron 0,16 g de catalizador octoato estannoso (II) y 8 g de 3-acriloxipropildimetilmtoxosilano ("3-Ac") y se continuó el reflujo durante 105 min. Al cabo de 105 mi la temperatura se redujo a 60°C y se introdujeron 15 ml de trimetilmtoxosilano para rematar extremos de cadena que no habían sido rematados terminalmente por 3-Ac. La reacción de rematado terminal se realizó en 60 min. Al final de esta reacción, la mezcla de reacción se vertió en 1 l de etanol en un vaso de precipitados de 5 l y se agitó. El matraz de reacción se enjuagó con 200 ml de heptano y el líquido se añadió al vaso de 5 l. A la mezcla agitada se añadió 1 l de metanol y se continuó la agitación durante 10 min más. El contenido del vaso se pasó luego a un embudo separador de 4 l para separación de capas. Después de dejar en reposo durante aproximadamente 12 horas, se separó una capa del fondo y se evaporó por rotación, obteniéndose el segmento de siloxano del emulsivo para incorporación del segmento de metacrilato.

El rendimiento, después de evaporación rotatoria fue de 173,3 g y el polímero obtenido tenía un índice de refracción de 1,4730. El peso molecular numérico medio,  $M_n$ , del polímero era 24.260 daltons.

## Etapa 2

### Síntesis del emulsivo de copolímero

En un matraz de 500 ml, de 3 bocas se cargaron los materiales siguientes: 60 g del segmento siloxano (preparado como en la etapa 1), 83,75 g de metacrilato de laurilo (LMA), 1,87 g de 2-HEMA y 1,56 g de 1-hexanotiol. Luego se añadieron a esta mezcla 90 ml de tolueno desgaseado (por burbujeo de nitrógeno). Para agitar la mezcla de reacción durante el período entero de reacción se usó un agitador magnético de tamaño apropiado. Un puerto de del matraz se usó para condensar el disolvente de reflujo y el segundo puerto se usó para introducir un termómetro para controlar la temperatura de reacción, usándose el tercero para muestreo.

Se burbujeo nitrógeno en el transcurso entero de la reacción. La mezcla de reacción se calentó a 75°C, temperatura a la que se introdujeron 0,25 g de iniciador 2,2'-azobisisobutironitrilo ("AIBN") en 60 ml de tolueno. La temperatura de reacción se mantuvo a 80°C durante 20 h. Luego la mezcla de reacción se mantuvo a reflujo durante 2 horas más para descomponer cualquier iniciador de radicales AIBN in reaccionar. La mezcla de reacción se evaporó luego por rotación para obtener el copolímero. El copolímero evaporado por rotación se hizo pasar a través de una unidad de destilación de paso corto (spd) a 100°C a 266 kPa de presión. El rendimiento después de tratamiento por spd era de 137,58 g. El índice de refracción del copolímero era 1,4733. El peso molecular a pico máximo,  $M_p$ , del segmento metacrilato del copolímero era 9200. El copolímero tenía un color iridescente.

Para el tipo de emulsivo ejemplificado por el copolímero descrito en el Ejemplo 1, y para otros emulsivos de la presente invención, el peso molecular y/o la estructura de los segmentos del emulsivo se puede variar de manera que el emulsivo se puede ajustar a que sólo sea soluble en el polímero de matriz líquido y no en el medio suspensivo líquido; (b) sea sólo soluble en el medio suspensivo líquido y no en el polímero de matriz líquido; (c) soluble en el polímero de matriz líquido y el medio suspensivo líquido y (d) insoluble en el polímero de matriz líquido y en el medio suspensivo líquido cuando se ensaya individualmente en esos líquidos. El emulsivo de (d) tiene un segmento que es soluble en el polímero de matriz líquido y otros segmento cuya composición estructural es muy similar al polímero suspensivo líquido y es de esperar por ello que sea soluble en el medio suspensivo líquido. Datos experimentales que demuestran que se comporta bien como emulsivo evidencian la certeza de ello.

En el Ejemplo 1, el emulsivo es del tipo (b) indicado. En el Ejemplo 2, el emulsivo es de tipo (a). En el Ejemplo 3 es de tipo (d). Todos actúan satisfactoriamente como emulsivos. Como se ha mencionado antes, el emulsivo de tipo (c) puede sintetizarse por ajuste de pesos moleculares de los segmentos: por su solubilidad extrema, sin embargo, no es de esperar que se comporte tan eficientemente como los otros tres tipos de emulsivo. Los inventores, sin embargo, no desean implicarse en estas hipótesis.

Usando el emulsivo del Ejemplo 3, se revistieron tres muestras de película separadas añadiendo el emulsivo a una emulsión usando tres técnicas diferentes. De otra manera, las muestras de película se hicieron de manera idéntica usando materiales idénticos. En la primera muestra de película, el emulsivo se añadió a la suspensión de líquido, luego se homogeneizó y se añadió al resto de la emulsión esto es, un polímero de matriz líquido, antes de formar la primera muestra de película. En la segunda muestra, el emulsivo se añadió al polímero de matriz líquido, luego se homogeneizó y añadió al resto de la emulsión, esto es, la suspensión líquida antes de formar la tercera muestra de película. En la tercera muestra, el emulsivo se añadió a una emulsión completa y luego se homogeneizó antes de formar la tercera muestra. Las tres muestras de película se activaron con CA 50 volts a una frecuencia de 400 Hz. Los intervalos de transmisión de luz y los valores de turbidez de las tres muestras fueron relativamente satisfactorios los mejores resultados se obtuvieron no obstante con la segunda muestra, en la que el emulsivo se añadió primeramente al polímero de matriz líquido. La película resultante tenía un intervalo de transmisión de luz ( $\Delta T$ ) de 49,70% (cambiando de 25,05% en estado negro a 74,75% estado activado) y un valor bajo de turbidez de

sólo 2,6% cuando se activó la película. El mejor procedimiento para añadir cualquier emulsivo dado puede determinarlo con facilidad empíricamente un experto en la técnica de cualificación normal.

En la siguiente Tabla 1 se resumen los datos correspondientes a las emulsiones sintetizadas en los Ejemplos 1, 2 y 3, respectivamente.

5 TABLA 1: Datos del peso molecular de emulsivos a los que se hace referencia en los procedimientos de síntesis

Número del Ejemplo	Segmento de siloxano		Segmento de metacrilato. Mp
	Mn	Mp	
1	20.500	22.100	9500
2	29.650	89.710	5200
3	24.260	78.900	9200

10 Diferentes emulsivos dieron consistentemente resultados similares en cuanto a que los tamaños de gotita se mantuvieron por largos períodos de tiempo en comparación con el revestimiento hecho con una emulsión que no contenía el emulsivo.

Todas las mediciones se hicieron a 65°C en revestimientos no curados de emulsión húmeda de 508 micrómetros

TABLA 2

Concentración del emulsivo % en peso	Tamaño medio de gotita (diámetro) en $\mu\text{m}$ tras			
	Tiempo cero	2 minutos	5 minutos	30 minutos
0	1-2,5	2,5	2,5-5,0	5,0
2	1-2,5	1-2,5	1-2,5	2,5

15 Propiedades ópticas de películas que contienen emulsivo

En la tabla siguiente el término " $T_{\text{off}}$ " significa la transmisión de luz de la película de SPD antes de la activación eléctrica, esto es, en estado "off" El término " $T_{\text{on}}$ " significa la transmisión de luz de la película cuando se activa eléctricamente, esto es, en estado "on" El término " $\Delta T$ " significa la diferencia en la transmisión de luz entre los estados "on" y "off".

20 TABLA 3

Contenido de emulsivo, % en peso	Tiempo transcurrido, min	Tiempo transcurrido, min	Tamaño gotita, diámetro, $\mu\text{m}$	$T_{\text{off}}$ , %	$T_{\text{on}}$ , %	$\Delta T$
0	5		2,5-7,5	22,06	66,32	44,26
		<b>10</b>	<b>5,0-7,5</b>	<b>26,03</b>	<b>60,44</b>	<b>34,41</b>
1	5		2,5-5,0	25,52	72,34	46,82
		<b>10</b>	<b>7,5</b>	<b>25,08</b>	<b>71,88</b>	<b>46,80</b>
2	5		2,5	18,49	69,74	51,25
		<b>10</b>	<b>2,5-5,0</b>	<b>26,24</b>	<b>72,15</b>	<b>45,91</b>

25 Los copolímeros de bloque A-B y de tipo A-B-A están dentro del ámbito de la presente invención. Y es posible hacer tales copolímeros de bloque por métodos de polimerización aniónica "vivientes" bien conocidos en la técnica de polímeros. Los copolímeros hechos por tales procedimientos tendrán composiciones que son similares pero no necesariamente idénticos a copolímeros hechos por otros procedimientos preferentes considerados aquí. Por ejemplo, en un procedimiento de polimerización aniónica, un segmento polimérico de metacrilato se haría primeramente con uno o dos terminales de cadena "vivientes", y luego se harían reaccionar para abrir un monómero de siloxano cíclico, por ejemplo, "P4" y/o "D4", materiales bien conocidos en la técnica. En condiciones apropiadas también es posible la síntesis en el orden inverso. Sin embargo, la producción de tales copolímeros por métodos de polimerización "viviente" requiere condiciones de síntesis extremadamente rigurosas para eliminar casi toda el agua

y el oxígeno de la reacción y, por tanto, tales materiales son muy caros de fabricar.

5 El método general preferido para sintetizar los emulsivos de la presente invención, como se ha descrito antes, es hacer primeramente el segmento polimérico de siloxano por polimerización por condensación y rematar terminalmente un extremo o ambos de tales cadenas con un monómero que contiene (met)acrilato y polimerizar después sobre él un monómero que contiene metacrilato o un monómero que contiene metacrilato y un monómero o varios monómeros adicional(es) tales como 2-HEMA, Este método preferido de síntesis de emulsivo no exige condiciones de reacción especialmente rigurosas y, por ello, el coste de los emulsivos preparados de esta manera es con mucho inferior al de los emulsivos obtenidos por polimerización aniónica.

10 Para su uso en un emulsivo en este contexto, se prefieren monómeros metacrilato a monómeros acrilato por su mayor estabilidad respecto a la radiación ultravioleta; sin embargo, en vez de ellos se pueden usar monómeros de acrilato si es menos costoso o más conveniente. Así, siempre que se menciona aquí un monómero metacrilato en un ejemplo, generalmente puede un monómero acrilato monómero ser el sustitutivo y estar dentro del ámbito de la presente invención.

15 También aunque el metacrilato de laurilo es un tipo preferido de monómero éster, en vez de él, como se ha explicado antes, se puede usar cualquier otro monómero con unas características apropiadas de solubilidad e inmiscibilidad. Entre los ejemplos no limitativos de monómeros éster alternativos figuran metacrilato de n-octilo y metacrilato de n-hexilo. Además, el porcentaje en peso de grupos fenilo y/o metilo en el segmento siloxano de la emulsion también puede variar siempre que se satisfagan los requerimientos de solubilidad, inmiscibilidad e índice de refracción antes dados.

20

25

30

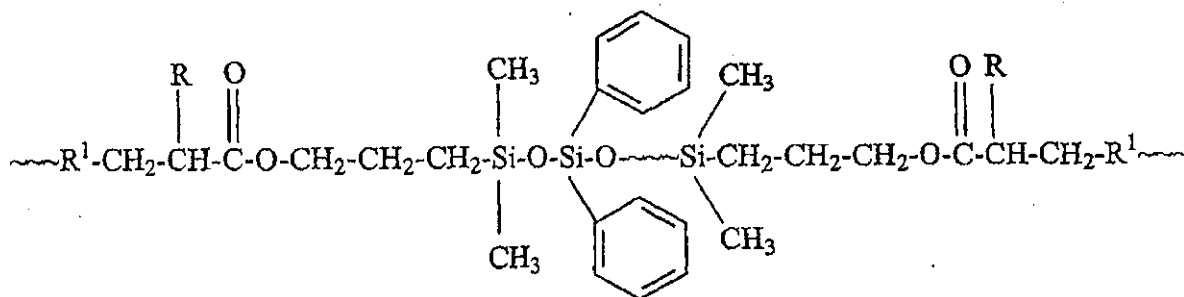
35

40

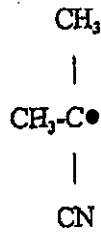
45

**REIVINDICACIONES**

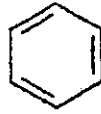
1. Una película para su uso en un dispositivo de partículas en suspensión, (SPD), dicha película comprende un polímero de matriz reticulado que tiene una pluralidad de gotitas de una suspensión líquida de válvula de luz distribuida en la misma, formada con el uso de un emulsivo, dicho emulsivo es un emulsivo separado formado por un material copolímero que comprende como mínimo los segmentos primero y segundo, dichos segmentos se diferencian entre sí en al menos una de sus afinidades químicas, sus composiciones y sus polaridades, siendo un primer segmento de los mencionados segmentos soluble en un polímero de matriz líquido no curado usado en la formación de la película, pero insoluble en un medio suspensivo líquido en el que están dispersadas las mencionadas gotitas, y siendo un segundo segmento de los mencionados segmentos soluble en el medio suspensivo líquido de las gotitas e insoluble en el polímero de matriz líquido no curado, en el que los segmentos primero y segundo tienen un índice de refracción dentro de 0,010 el uno del otro y en el que el índice de refracción de dichos segmentos está dentro de 0.010 del de cada fase de una emulsión formada con el mencionado emulsivo, comprendiendo el mencionado primer segmento un material seleccionado entre el grupo que consiste en organosiloxanos lineales, organosiloxanos ramificados, grupos alquilo lineales, grupos alquilo ramificados, grupos fluoroalquilo lineales y grupos fluoroalquilos ramificados, y en el que el primer segmento del copolímero emulsivo que consiste en un polímero poliorganosiloxano que tiene grupos fenilo colgantes para proporcionar un índice de refracción a 25 grados centígrados en el intervalo de 1,4630 a 1,4800, y el segundo segmento mencionado comprende un material seleccionado del grupo que consiste en ésteres lineales, ésteres ramificados, (met)acrilato lineal, (met)acrilato ramificado, amida lineal, amida ramificada, amina lineal, amina ramificada, grupos epoxi lineales, grupos epoxi ramificados, grupos lineales que comprenden grupos hidroxilo o ácidos y grupos ramificados que comprenden grupos hidroxilo o ácidos, en la que el mencionado emulsivo está adaptado para evitar la coalescencia de las gotitas de la suspensión líquida de válvula de luz durante la formación de la mencionada película retardando el crecimiento de las mencionadas gotitas.
2. La película de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el emulsivo en su conjunto es soluble en el polímero de matriz líquido e insoluble en el medio suspensivo líquido cuando se mezcla separadamente con los mencionados líquidos.
3. La película de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el emulsivo en su conjunto es soluble en el medio suspensivo líquido e insoluble en el polímero de matriz líquido cuando se mezcla separadamente con los mencionados líquidos.
4. La película de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el emulsivo en su conjunto es soluble tanto en el polímero de matriz líquido como en el medio suspensivo líquido cuando se mezcla separadamente con los mencionados líquidos.
5. La película de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el emulsivo en su conjunto es insoluble tanto en el polímero de matriz líquido como en el medio suspensivo líquido cuando se mezcla separadamente con los mencionados líquidos.
6. La película de la reivindicación 1, en la que el primer segmentos mencionado es de baja polaridad respecto al mencionado segundo segmento y el mencionado segundo segmento es relativamente polar respecto al mencionado primer segmento.
7. La película de la reivindicación 1, en la que el índice de refracción de los mencionados segmentos primero y segundo está dentro de 0,005 del de cada fase de una emulsión formada con el mencionado emulsivo.
8. La película de la reivindicación 7, en la que el índice de refracción de cada segmento está dentro de 0,002 del de cada fase de la emulsión formada con el mencionado emulsivo.
9. La película de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el mencionado emulsivo está representado por la siguiente fórmula I:



donde R representa un resto iniciador,



y R<sup>1</sup> representa un segmento polimérico de (met)acrilato de alquilo, y



- 5      representa un grupo fenilo,
10. La película de la reivindicación 9, en la que el segmento polimérico de (met)acrilato de alquilo comprende un polímero (metacrilato de laurilo-co-HEMA).
11. La película de la reivindicación 1, en la que el porcentaje en peso del poliorganosiloxano en el emulsivo varía de aproximadamente 35% a aproximadamente 65% en peso.
- 10     12. La película de la reivindicación 1, en la que un segmento del copolímero emulsivo consiste en (met)acrilatos que son solubles en poli(metacrilato de laurilo), dichos (met)acrilatos tienen un peso molecular de 1500-6000 daltons y un índice de refracción tal que el emulsivo tiene un índice de refracción de 1,4730 más o menos 0,005.
13. La película de la reivindicación 12, en la que el segmento (met)acrilato del emulsivo está presente en dicho emulsivo en una cantidad de entre aproximadamente 35-65% en peso.
- 15     14. La película de la reivindicación 12, en la que el segmento (met)acrilato consiste en material seleccionado entre el grupo que consiste en un homopolímero de (met)acrilatos de alquilo C<sub>6</sub> o superiores y un copolímero con metacrilato de 2-hidroxietilo.
- 20     15. Un procedimiento para mejorar la estabilidad de una emulsión usada en la fabricación de una película adaptada para su uso en un dispositivo de partículas en suspensión o para reducir la coalescencia de una gota de un medio suspensivo líquido en una emulsión usada en la formación de una película adaptada para su uso en un dispositivo de partículas en suspensión, o para mejorar las características de rendimiento de una película adaptada para su utilización en un dispositivo de partículas en suspensión, procedimiento que comprende formar la mencionada película con un emulsivo de acuerdo con la reivindicación 1.