

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 552 313**

51 Int. Cl.:

B32B 17/10 (2006.01)
C03C 27/12 (2006.01)
C08K 3/10 (2006.01)
C08K 5/00 (2006.01)
C08L 29/14 (2006.01)
C09D 5/32 (2006.01)
G02B 5/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.06.2004 E 04746085 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.08.2015 EP 1698599**

54 Título: **Dispersión de micropartículas de óxido de indio dopado con estaño, procedimiento para producir la misma, capa intermedia para vidrio laminado que tiene propiedad de bloqueo de rayos térmicos producida con la dispersión, y vidrio laminado**

30 Prioridad:

24.12.2003 JP 2003427446

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.11.2015

73 Titular/es:

MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION (33.3%)
5-1, Otemachi 1-chome, Chiyoda-ku
Tokyo 100-8117, JP;
MITSUBISHI MATERIALS ELECTRONIC
CHEMICALS CO., LTD. (33.3%) y
SEKISUI CHEMICAL CO., LTD. (33.3%)

72 Inventor/es:

HAGIWARA, MASAHIRO;
NAKAGAWA, TAKESHI;
FUKATANI, JUICHI;
YOSHIOKA, TADAHICO y
HATTA, BUNGO

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PALMERO, Fe

Observaciones :

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

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).

ES 2 552 313 T3

DESCRIPCIÓN

Dispersión de micropartículas de óxido de indio dopado con estaño, procedimiento para producir la misma, capa intermedia para vidrio laminado que tiene propiedad de bloqueo de rayos térmicos producida con la dispersión, y vidrio laminado

Campo técnico

La presente invención se refiere a una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, que puede usarse en la fabricación de una película de capa intermedia para vidrio laminado, a un método para fabricar la dispersión, a una película de capa intermedia para vidrio laminado con propiedades de blindaje frente a rayos térmicos, y a un vidrio laminado con la misma.

Esta solicitud reivindica la prioridad de la solicitud de patente japonesa n.º 2003-427446 presentada el 24 de diciembre de 2003, cuyo contenido se incorpora al presente documento como referencia.

Antecedentes de la técnica

En general, un vidrio laminado tiene una estructura obtenida interponiendo una película de capa intermedia para vidrio laminado (también denominada simplemente a continuación en el presente documento película de capa intermedia) que incluye una resina de polivinilacetato tal como resina de polivinilbutiral plastificada mediante un plastificante entre al menos un par de hojas de vidrio, e integrando los mismos. El vidrio laminado que tiene una estructura de este tipo es excelente en cuanto a seguridad debido a que los fragmentos de vidrio apenas se esparcen cuando se rompe por un impacto exterior, y por tanto se usa ampliamente como vidrio para ventanas para vehículos tales como automóviles y aeronaves, y para edificios.

Sin embargo, un vidrio laminado de este tipo que incluye una película de capa intermedia era excelente en cuanto a seguridad, pero era inferior en cuanto a propiedades de blindaje térmico. En general, la radiación infrarroja que tiene una longitud de onda de 780 nm o más, que es más larga que la de la luz visible, se denomina rayo térmico porque, a pesar de su pequeña cantidad de energía tal como de aproximadamente el 10% en comparación con la radiación ultravioleta, tiene una gran acción térmica y se libera como calor para provocar un aumento de temperatura cuando se absorbe por una sustancia. Se requiere un vidrio laminado que pueda blindar de manera eficaz este rayo térmico. Cuando se vuelve posible blindar frente a radiaciones infrarrojas que tienen una gran acción térmica entre rayos de luz incidentes sobre vidrios frontales y laterales, se potencian las propiedades de blindaje térmico y, por tanto, puede suprimirse el aumento de temperatura en el automóvil. Puesto que el área de la parte de vidrio del automóvil tiende a aumentar, recientemente, se ha vuelto necesario potenciar las propiedades de blindaje térmico del vidrio laminado, confiriendo de ese modo una función de blindaje frente a los rayos térmicos a la parte de abertura de vidrio.

Como vidrio laminado que tiene propiedades de blindaje térmico potenciadas, por ejemplo, se ha conocido un vidrio laminado que incluye una película de capa intermedia que tiene una resina transparente mezclada con un plastificante que contiene partículas finas de óxido de indio dopado con estaño (también denominadas a continuación en el presente documento partículas finas de ITO) en una resina transparente (véase el documento de patente 1: patente japonesa n.º 3.040.681). Esta publicación da a conocer, como película de capa intermedia para vidrio laminado, una película de capa intermedia obtenida mezclando partículas finas de ITO que tienen un tamaño de partícula limitado a 0,1 μm o menos de modo que no se afecte a la transparencia, un tensioactivo aniónico y di-2-etilhexilo del ácido ftálico como plastificante para preparar una dispersión de partículas finas de ITO que contiene partículas finas de ITO dispersas en la misma, amasando la dispersión con una resina de polivinilbutiral, y formando la mezcla amasada para dar una película.

Como composición de película de capa intermedia para vidrio laminado que tiene propiedades de blindaje térmico, se ha conocido una composición obtenida mezclando una dispersión que contiene partículas finas de ITO, un éster de ácido graso superior, y un plastificante con una resina (véase el documento de patente 2: solicitud de patente japonesa, primera publicación n.º 2001-233643). En el caso de esta composición de película de capa intermedia, el éster de ácido graso superior tal como éster de ácido graso de poliglicerina se añade de modo que se potencia la dispersabilidad de las partículas finas de ITO.

Sin embargo, una película de capa intermedia convencional para composición de vidrio laminado, o una dispersión de partículas finas de ITO usada para la composición de película de capa intermedia puede ser inferior en cuanto a transparencia debido a que se produce nebulosidad a un cierto ángulo, a pesar del mismo valor de turbidez como indicador de transparencia. Además, existe el problema de que, cuando se usa un dispersante convencional en el caso de dispersar partículas finas de ITO en el plastificante, se vuelve difícil controlar el grado de adhesión en la superficie de contacto entre el vidrio y la película de capa intermedia del vidrio laminado. Además, existe el problema de que se vuelve difícil controlar la variación en el grado de adhesión entre el vidrio y la película de capa intermedia debido a un cambio en la humedad de la película de capa intermedia. Además, existe el problema de que, cuando la dispersión de partículas finas de ITO se diluye con un plastificante para una película de capa intermedia, las partículas finas de ITO se convierten en partículas aglomeradas debido a una escasa dispersión, es decir, surge el

denominado fenómeno de choque de disolvente y, por tanto, disminuye la transparencia.

Se ha conocido una composición obtenida mediante la adición de di-2-hexanoato de trietilenglicol (3GO) como plastificante a una disolución que contiene partículas finas de ITO dispersadas en éster de polifosfato y acetilacetona (véase el documento de patente 3: solicitud de patente japonesa, primera publicación n.º 2002-293583) y una composición obtenida mezclando además la composición con ácido 2-etilhexanoico (véase el documento de patente 4: solicitud de patente japonesa, primera publicación n.º 2001-302289, correspondiente al documento EP-A1-1 227 070). Sin embargo, todas estas composiciones tienen el inconveniente de que están libres de alcoholes y tienen alta hidrofobicidad, y por tanto las partículas finas de ITO son inferiores en cuanto a afinidad con la disolución y puede surgir el choque de disolvente. Además, existe el inconveniente de que la propiedad de dispersión varía drásticamente dependiendo de la clase del plastificante para la película de capa intermedia.

Se proporciona una divulgación adicional de vidrio laminado en el documento de patente 5 (documento US 2001/0016261 A1). Este tipo de vidrio laminado comprende una película de capa intermedia interpuesta entre una primera y una segunda planchas de vidrio transparente, película de capa intermedia que contiene partículas funcionales ultrafinas que tienen un diámetro de partícula de hasta 0,2 µm y se dispersan en la película de capa intermedia. El documento no especifica la presencia de alcohol en la dispersión. Se describen composiciones de dispersión de partículas ultrafinas en el documento de patente 6 (documento US 2003/0021994 A1). Pueden añadirse disolventes orgánicos a la dispersión, pero sin proporcionar más información detallada. En los ejemplos, no está presente ningún disolvente orgánico.

La presente invención se ha realizado de modo que se resuelvan los problemas anteriores de la técnica anterior con respecto a una dispersión de partículas finas de ITO que tiene propiedades de blindaje frente a rayos térmicos, y una película de capa intermedia que incluye la dispersión. La presente invención proporciona una dispersión de partículas finas de ITO que tiene excelente transparencia y propiedades de blindaje térmico ajustando el valor de turbidez a un valor fijado o menos, y controlando un valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica como indicador y un índice de amarillo por reflexión (YI) que tiene una correlación con el valor de reflexión medido como indicador dentro de un intervalo fijado, y también proporciona una película de capa intermedia que incluye la dispersión de partículas finas de ITO, y un vidrio laminado de blindaje frente a rayos térmicos que incluye la película de capa intermedia.

Además, la presente invención proporciona una dispersión de partículas finas de ITO que ajusta fácilmente el grado de adhesión debido a una combinación de estabilizadores de dispersión, que es excelente en cuanto a dispersabilidad de partículas finas de ITO, que suprime fácilmente la variación en el grado de adhesión en la superficie de contacto entre el vidrio y la película de capa intermedia debido a un cambio en la humedad de la película de capa intermedia, y que también es menos probable que provoque choque de disolvente, y también proporciona una película de capa intermedia que incluye la dispersión de partículas finas de ITO y un vidrio laminado de blindaje frente a rayos térmicos que incluye la película de capa intermedia.

Divulgación de la invención

La presente invención se refiere a la siguiente dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, y a un método para fabricar la misma.

(1) Una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, comprendiendo la dispersión partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, un plastificante para una película de capa intermedia, un disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol, y estabilizadores de dispersión,

en la que los alcoholes son el componente principal del disolvente orgánico,

en la que en las condiciones de medición de una concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño del 0,7% en peso y una longitud de camino óptico de una celda de vidrio de 1 mm,

la transmitancia de luz visible es del 80% o más,

la transmitancia de radiación solar a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 nm hasta 2100 nm es de 3/4 o menos de la transmitancia de luz visible,

el valor de turbidez es del 1,0% o menos, y

el índice de amarillo por reflexión es de -20 o más y/o el valor de reflexión a 0 grados entre la distribución de luz reflejada a un ángulo de incidencia de 45 grados medido mediante un goniofotómetro es de 30 o menos en las condiciones de medición de la longitud de camino óptico de la celda de vidrio de 1 mm; y

en la que los estabilizadores de dispersión comprenden al menos uno seleccionado del grupo que consiste en compuesto basado en éster de sulfato, compuesto basado en éster de fosfato, ácido ricinoleico, ácido

polirricinoleico, ácido policarboxílico, tensioactivo de tipo alcohol polihidroxilado, poli(alcohol vinílico) y polivinilbutiral, y al menos uno seleccionado del grupo que consiste en quelato, ácido inorgánico y ácido orgánico.

En este caso, puede obtenerse una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño que es excelente en cuanto a dispersabilidad de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño y tiene alta transparencia a un cierto ángulo, y que también es menos probable que provoque choque de disolvente y mantiene un buen estado de dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño cuando la dispersión se mezcla con la resina. Esta dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es adecuada para la fabricación de una película de capa intermedia para vidrio laminado, y pueden obtenerse una película de capa intermedia para vidrio laminado con excelentes propiedades de blindaje frente a rayos térmicos y un vidrio laminado que incluye la misma usando la dispersión.

(2) La dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (1),

en la que el plastificante para una película de capa intermedia es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en adipato de dihexilo, di-2-etilhexanoato de trietilenglicol, di-2-etilhexanoato de tetraetilenglicol, di-2-etilbutirato de trietilenglicol, di-2-etilbutirato de tetraetilenglicol, di-heptanoato de tetraetilenglicol y di-heptanoato de trietilenglicol.

(3) La dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (1),

en la que al menos un alcohol comprende al menos uno seleccionado del grupo que consiste en metanol, etanol, propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, sec-butanol, terc-butanol, alcohol laurílico, diacetona-alcohol, ciclohexanol, etilenglicol, dietilenglicol y trietilenglicol.

(4) La dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (1),

en la que la dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño contiene, como estabilizador de dispersión, tres componentes de compuesto basado en éster de fosfato, ácido orgánico y quelato.

(5) La dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (1),

en la que la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de desde el 0,1 hasta el 95% en peso,

el contenido del plastificante para una película de capa intermedia es de desde el 1 hasta el 99,9% en peso,

el contenido del disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol es de desde el 0,02 hasta el 25% en peso, y

el contenido del estabilizador de dispersión es de desde el 0,0025 hasta el 30% en peso.

(6) La dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (1),

en la que la dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño se obtiene mediante la dilución de una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño que contiene partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, un plastificante para una película de capa intermedia, un disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol, y estabilizadores de dispersión, y en la que la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de desde el 0,1 hasta el 95% en peso, con un plastificante para una película de capa intermedia, o un plastificante para una película de capa intermedia que contiene un disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol y/o un estabilizador de dispersión.

(7) La dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (1),

en la que, cuando la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño se ajusta al 10,0% en peso mediante la dilución de una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño que tiene una concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño del 10,0% en peso o más, o cuando la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño se ajusta al 40,0% en peso mediante la dilución de una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño que tiene una concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño del 40,0% en peso o más,

el tamaño de partícula volumétrico medio de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de 80 nm o menos, y

el tamaño de partícula a una acumulación del 90% (D90) es de 160 nm o menos.

(8) La dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (1),

en la que el tamaño de partícula promedio primario de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de 0,2 μm o menos.

(9) La dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (1),

en la que la constante de red del cristal de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de desde 10,11 hasta 10,16 Å.

(10) Un método para fabricar la dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (1),

comprendiendo el método mezclar un disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol, estabilizadores de dispersión, partículas finas de óxido de indio dopado con estaño y plastificante para una película de capa intermedia, dispersando de ese modo las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño,

en el que los estabilizadores de dispersión comprenden al menos uno seleccionado del grupo que consiste en compuesto basado en éster de sulfato, compuesto basado en éster de fosfato, ácido ricinoleico, ácido poliricinoleico, ácido policarboxílico, tensioactivo de tipo alcohol polihidroxilado, poli(alcohol vinílico) y polivinilbutiral, y al menos uno seleccionado del grupo que consiste en quelato, ácido inorgánico y ácido orgánico.

(11) El método para fabricar una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (10), en el que se prepara una disolución mezclada que contiene el disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol, el estabilizador de dispersión, y las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, y

se mezcla esta disolución mezclada con el plastificante para una película de capa intermedia para obtener una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño.

(12) El método para fabricar una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (11), en el que se prepara la disolución mezclada que contiene el disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol, el estabilizador de dispersión, y las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, y

se añade esta disolución mezclada al plastificante para una película de capa intermedia, o se añade el plastificante para una película de capa intermedia a esta disolución mezclada, dispersando de ese modo las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño,

(13) El método para fabricar una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (11), en el que se usa un plastificante que contiene un disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol o un estabilizador de dispersión como plastificante para una película de capa intermedia.

(14) Una película de capa intermedia para vidrio laminado con blindaje térmico, que se forma usando una composición de resina de una mezcla de la dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño de (1) y una resina,

en la que, en las condiciones de medición en las que la película de capa intermedia que tiene un grosor de 0,76 mm se interpone entre hojas de vidrio transparente que tienen un grosor de 2,5 mm,

propiedades de blindaje frente a ondas electromagnéticas a una frecuencia de 0,1 MHz a 26,5 GHz son de 10 dB o menos,

el valor de turbidez es del 1,0% o menos,

la transmitancia de luz visible es del 70% o más,

la transmitancia de radiación solar a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm es del 80% o menos de la transmitancia de luz visible, y

el índice de amarillo por reflexión es de -12 o más y/o el valor de reflexión a 0 grados entre la distribución de luz reflejada a un ángulo de incidencia de 45 grados medido mediante una medición goniofotométrica es de 25 o menos.

(15) La película de capa intermedia para vidrio laminado según (14),

en la que están contenidas de 20 a 60 partes en peso del plastificante para una película de capa intermedia y de 0,1 a 3 partes en peso de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño basándose en 100 partes en peso de una resina de polivinilacetato.

(16) La película de capa intermedia para vidrio laminado según (15),

en la que la resina de polivinilacetato es una resina de polivinilbutiral.

(17) La película de capa intermedia para vidrio laminado según (14),

5 en la que la composición de resina obtenida mezclando la dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño con la resina contiene además una sal de metal alcalino y/o una sal de metal alcalinotérreo como agente de ajuste de la adhesión.

(18) La película de capa intermedia para vidrio laminado según (14),

10 en la que las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño tienen un tamaño de partícula promedio de 80 nm o menos y se dispersan de tal manera que el número de partículas que tienen un tamaño de partícula de 100 nm o más es de una por μm^2 o menos.

15 (19) Un vidrio laminado que comprende la película de capa intermedia para vidrio laminado de (14).

(20) El vidrio laminado según (19),

20 en el que el vidrio laminado tiene propiedades de blindaje frente a rayos térmicos en el que el rendimiento de blindaje frente a ondas electromagnéticas a una frecuencia de 0,1 MHz a 26,5 GHz es de 10 dB o menos, el valor de turbidez es del 1,0% o menos, la transmitancia de luz visible es del 70% o más, la transmitancia de radiación solar a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm es del 80% o menos de la transmitancia de luz visible, y el índice de amarillo por reflexión es de -12 o más y/o el valor de reflexión medido a 0 grados entre la distribución de luz reflejada a un ángulo de incidencia de 45 grados medido mediante una medición goniofotométrica es de 25 o menos.

(21) La dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (1),

30 en la que los estabilizadores de dispersión comprenden quelato, ácido orgánico y compuesto basado en éster de fosfato,

el contenido de los estabilizadores de dispersión es de desde el 0,0025 hasta el 30% en peso, y

35 la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de desde el 10 hasta el 60% en peso.

(22) El método para fabricar una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según (10),

40 en el que los estabilizadores de dispersión comprenden quelato, ácido orgánico y compuesto basado en éster de fosfato,

el contenido de los estabilizadores de dispersión es de desde el 0,0025 hasta el 30% en peso, y

45 la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de desde el 10 hasta el 60% en peso.

Ahora se describirá la presente invención en detalle.

50 La dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño de la presente invención es una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño (también denominada a continuación en el presente documento dispersión de partículas finas de ITO) que incluye partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, un plastificante para una película de capa intermedia, un disolvente orgánico que contiene alcoholes como componente principal (también denominado a continuación en el presente documento disolvente de alcohol) y un estabilizador de dispersión, en la que en las condiciones de medición de la concentración de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es del 0,7% en peso y la longitud de camino óptico de una celda de vidrio de 1 mm, la transmitancia de luz visible es del 80% o más, la transmitancia de radiación solar a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm es de 3/4 o menos de la transmitancia de luz visible, el valor de turbidez es del 1,0% o menos, y el índice de amarillo por reflexión es de -20 o más.

60 En la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, en vez de ser el índice de amarillo por reflexión de -20 o más, o siendo el índice de amarillo por reflexión de -20 o más, el valor de reflexión a 0 grados entre la distribución de luz reflejada a un ángulo de incidencia de 45 grados medido mediante una medición goniofotométrica es de 30 o menos.

65 Las partículas finas de ITO tienen preferiblemente un tamaño de partícula promedio primario de 0,2 μm o menos. En el caso en el que el tamaño de partícula promedio primario es de más de 0,2 μm , el valor de turbidez de la película

de capa intermedia resultante, a su vez, el valor de turbidez del vidrio laminado empeora, o puede producirse nebulosidad por dispersión de luz visible debido a partículas finas de ITO. El tamaño de partícula promedio primario es más preferiblemente de 0,1 μm o menos, y todavía más preferiblemente de 0,08 μm o menos. En las partículas finas de ITO, la constante de red de su cristal está preferiblemente en un intervalo de desde 10,11 hasta 10,16 Å. En el caso en el que la constante de red no está dentro del intervalo anterior, puede no ejercerse un efecto de blindaje frente a rayos térmicos suficiente.

El método para fabricar las partículas finas de ITO no está específicamente limitado. Por ejemplo, puede mostrarse a modo de ejemplo un método para fabricar partículas finas de ITO, que incluye hacer reaccionar una disolución acuosa que contiene una sal de cloruro de indio soluble en agua y una pequeña cantidad de cloruro de estaño con un álcali, coprecipitando de ese modo un hidróxido de indio y estaño, y recociendo el coprecipitado como material con calentamiento en nitrógeno libre de oxígeno para convertir el coprecipitado en un óxido.

En la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, el plastificante para una película de capa intermedia funciona como medio de dispersión para dispersar las partículas finas de ITO. Este plastificante para una película de capa intermedia no está específicamente limitado siempre que se use de manera convencional para una resina de polivinilacetato, y puede usarse un plastificante conocido que se usa generalmente como plastificante para una película de capa intermedia. Por ejemplo, pueden usarse plastificantes basados en éster orgánico tales como éster de ácido monobásico y éster de ácido polibásico; y plastificantes basados en ácido fosfórico tales como plastificantes basados en ácido fosfórico orgánico y basados en ácido fosforoso orgánico.

Entre los plastificantes basados en éster orgánico anteriores, el éster de ácido monobásico incluye, por ejemplo, ésteres basados en glicol obtenidos haciendo reaccionar trietilenglicol con ácidos orgánicos tales como ácido butírico, ácido isobutírico, ácido caproico, ácido 2-etilbutírico, ácido heptanoico, ácido n-octílico, ácido 2-etilhexílico, ácido pelargónico (ácido n-nonílico) y ácido decílico; y ésteres de tetraetilenglicol o tripropilenglicol con los ácidos orgánicos anteriores. El éster de ácido polibásico incluye, por ejemplo, ésteres de ácidos orgánicos tales como ácido adípico, ácido sebácico y ácido azelaico con un alcohol lineal o ramificado que tiene de 4 a 8 átomos de carbono.

Los ejemplos específicos del plastificante basado en éster orgánico incluyen di-2-etilbutirato de trietilenglicol, di-2-etilhexoato de trietilenglicol, dicapriato de trietilenglicol, di-n-octoato de trietilenglicol, di-n-heptanoato de trietilenglicol, di-n-heptanoato de tetraetilenglicol, sebacato de dibutilo, azelato de dioctilo, adipato de dibutylcitol, di-2-etilbutirato de etilenglicol, di-2-etilbutirato de 1,3-propilenglicol, di-2-etilbutirato de 1,4-propilenglicol, di-2-etilbutirato de 1,4-butilenglicol, di-2-etilbutirato de 1,2-butilenglicol, di-2-etilbutirato de dietilenglicol, di-2-etilhexoato de dietilenglicol, di-2-etilbutirato de dipropilenglicol, di-2-etilpentoato de trietilenglicol, di-2-etilbutirato de tetraetilenglicol y dicapriato de dietilenglicol.

Los ejemplos del plastificante basado en ácido fosfórico incluyen fosfato de tributoxietilo, fosfato de isodecilfenilo y fosfito de triisopropilo.

Entre estos plastificantes para película de capa intermedia, al menos uno seleccionado del grupo que consiste en adipato de dihexilo (DHA), di-2-etilhexanoato de trietilenglicol (3GO), di-2-etilhexanoato de tetraetilenglicol (4GO), di-2-etilbutirato de trietilenglicol (3GH), di-2-etilbutirato de tetraetilenglicol (4GH), di-heptanoato de tetraetilenglicol (4G7) y di-heptanoato de trietilenglicol (3G7) es preferible porque la adición de una sal de metal de un ácido carboxílico que tiene de 5 a 6 átomos de carbono, como agente de ajuste de la adhesión, hace posible impedir el deterioro de la adhesión entre la película de capa intermedia y el vidrio y conciliar que se impida el blanqueo y que se impida el deterioro de la adhesión a lo largo del tiempo. Entre estos plastificantes, di-2-etilhexanoato de trietilenglicol (3GO), di-2-etilbutirato de trietilenglicol (3GH), di-2-etilhexanoato de tetraetilenglicol (4GO) y adipato de dihexilo (DHA) son particularmente preferibles porque es menos probable que se produzca hidrólisis.

En la presente invención, se usa un disolvente orgánico que contiene alcoholes como componente principal. Los alcoholes no están específicamente limitados. Por ejemplo, al menos uno seleccionado del grupo que consiste en metanol, etanol, propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, sec-butanol, terc-butanol, alcohol laurílico, diacetona-alcohol, ciclohexanol, etilenglicol, dietilenglicol y trietilenglicol es preferible. En el caso en el que el disolvente orgánico que contiene alcoholes como componente principal (es decir, disolvente de alcohol) contiene una pequeña cantidad de componentes distintos de alcoholes, metil etil cetona, acetato de isopropilo, lactato de etilo, 2-pirrolidona y acetoacetato de etilo pueden usarse como componente.

Puesto que el disolvente orgánico que contiene alcoholes como componente principal es excelente en cuanto a la afinidad con partículas finas de ITO y también es excelente en cuanto a la compatibilidad con el plastificante para una película de capa intermedia, el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica puede reducirse hasta 30 o menos, y preferiblemente 25 o menos. En este caso, el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica es un valor obtenido restando un valor de referencia que es un valor medido de un plastificante cargado en una celda de vidrio que tiene una longitud de camino óptico de 1 mm con, a partir de los datos sin procesar de una dispersión de partículas finas de ITO medida a 0 grados entre la distribución de luz reflejada a un ángulo de incidencia de 45 grados. Además, un índice de amarillo por reflexión que tiene una correlación con el valor de reflexión medido puede aumentar hasta -20 o más. Además, se ejerce el efecto de

impedir el choque de disolvente. Además, se ejerce el efecto de suprimir la variación en una propiedad de dispersión provocada por la clase del plastificante para una película de capa intermedia.

5 El estabilizador de dispersión comprende al menos uno seleccionado de compuesto basado en éster de sulfato, compuesto basado en éster de fosfato, ácido ricinoleico, ácido polirricinoleico, ácido policarboxílico, tensioactivo de tipo alcohol polihidroxilado, poli(alcohol vinílico) y polivinilbutiral.

10 Los ejemplos del compuesto basado en éster de fosfato incluyen éster del ácido fosfórico de alquil éter de polioxietileno, éster del ácido fosfórico de alquil éter y éster del ácido fosfórico de alquil fenil éter de polioxietileno.

15 El estabilizador de dispersión además comprende al menos uno seleccionado del grupo que consiste en quelato, ácido inorgánico y ácido orgánico. El quelato no está específicamente limitado, y por ejemplo, pueden usarse ácidos etilendiaminotetraacéticos (EDTA) y β -dicetonas. Entre estos quelatos, las β -dicetonas son preferibles por su excelente compatibilidad con el plastificante para una película de capa intermedia y la resina, y la acetilacetona es particularmente preferible. Como las β -dicetonas, por ejemplo, también pueden usarse benzoiltrifluoroacetona y dipivaloilmetano. Estos quelatos impiden la aglomeración de partículas finas de ITO y reducen el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica, y también pueden potenciar el índice de amarillo por reflexión que tiene una correlación con el valor de reflexión medido.

20 El ácido inorgánico no está específicamente limitado. Por ejemplo, pueden usarse ácido clorhídrico y ácido nítrico. Además, el ácido orgánico no está específicamente limitado. Por ejemplo, pueden usarse ácido carboxílico alifático, ácido dicarboxílico alifático, ácido carboxílico aromático y ácido dicarboxílico aromático. Los ejemplos específicos de los mismos incluyen ácido benzoico, ácido ftálico y ácido salicílico. Entre estos, un ácido carboxílico alifático C2-C18 es preferible y un ácido carboxílico alifático C2-C10 es más preferible. Los ejemplos del ácido carboxílico alifático C2-C10 incluyen ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido 2-etilbutírico, ácido n-hexanoico, ácido 2-etilhexanoico y ácido n-octanoico. Estos ácidos inorgánicos y orgánicos impiden la aglomeración de partículas finas de ITO y reducen el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica, también pueden potenciar el índice de amarillo por reflexión que tiene una correlación con el valor de reflexión medido.

30 En la dispersión de partículas de ITO de la presente invención, para que presenten rendimientos ópticos iniciales mediante una alta dispersión de partículas finas de ITO, una combinación del plastificante para una película de capa intermedia, que sirve como medio de dispersión y un estabilizador de dispersión es muy importante. Por ejemplo, en el caso de usar di-2-etilhexanoato de trietilenglicol (3GO) como plastificante para una película de capa intermedia, cuando se usan alcoholes como disolvente y se usan tres componentes del compuesto basado en éster de fosfato, el ácido orgánico tal como ácido 2-etilhexanoico, y el quelato tal como acetilacetona anteriores en combinación como estabilizador de dispersión, pueden dispersarse partículas finas de ITO con alta concentración y alta dispersabilidad y puede reducirse el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica, y también puede potenciarse el índice de amarillo por reflexión que tiene una correlación con el valor de reflexión medido. Además, puede impedirse el choque de disolvente en el caso de dilución con el plastificante para una película de capa intermedia. En este caso, los alcoholes son preferiblemente metanol, etanol, isopropanol y diacetona-alcohol.

45 Se han conocido composiciones obtenidas añadiendo 3GO como plastificante a una disolución que contiene partículas finas de ITO dispersadas en éster de polifosfato y acetilacetona y una composición obtenida mezclando además la composición con ácido 2-etilhexanoico. Sin embargo, estas composiciones tienen el inconveniente de que están libres de alcoholes y tienen alta hidrofobicidad, y por tanto las partículas finas de ITO son inferiores en cuanto a la afinidad con la disolución y puede surgir choque de disolvente. Además, las propiedades de la dispersión varían drásticamente dependiendo de la clase del plastificante para una película de capa intermedia y es difícil controlar la propiedad de dispersión.

50 El sistema de dispersión, en el que se usan tres componentes del compuesto basado en éster de fosfato, el ácido orgánico tal como ácido 2-etilhexanoico, y el quelato tal como acetilacetona anteriores en combinación, también tiene un excelente efecto de controlar fácilmente el grado de adhesión en la superficie de contacto entre la película de capa intermedia y el vidrio. En el vidrio laminado, en el caso en el que el grado de adhesión en la superficie de contacto entre la película de capa intermedia y el vidrio es demasiado bajo, se produce exfoliación en la superficie de contacto entre el vidrio y la película de capa intermedia. Por otra parte, en el caso en el que el grado de adhesión es demasiado alto, disminuye la resistencia a la penetración del vidrio laminado. Por tanto, la ventaja de controlar fácilmente el grado de adhesión en la superficie de contacto entre la película de capa intermedia y el vidrio es muy útil. Además, existe la ventaja de que se suprime fácilmente la variación en el grado de adhesión en la superficie de contacto entre el vidrio y la película de capa intermedia provocada por un cambio en la humedad de la película de capa intermedia.

65 El estabilizador de dispersión, distinto del quelato, el ácido orgánico y el ácido inorgánico, funciona como tensioactivo para potenciar una interacción entre una superficie de contacto orgánica y una superficie de contacto inorgánica, y por tanto potencia el grado de adhesión en la superficie de contacto entre la película de capa intermedia y el vidrio. Como resultado, es difícil controlar apropiadamente el grado de adhesión entre el vidrio y la película de capa intermedia únicamente mediante un agente de ajuste de la adhesión tal como una sal de metal

alcalino y/o una sal de metal alcalinotérreo, y es particularmente difícil controlar el grado de adhesión para que tenga un valor bajo. Sin embargo, cuando se usan los tres componentes anteriores en combinación, se cree que estos componentes se coordinan con el agente de ajuste de la adhesión tal como la sal de metal alcalino y/o la sal de metal alcalinotérreo que es para controlar el grado de adhesión en la superficie de contacto entre la película de capa intermedia y el vidrio, de ese modo se potencia la capacidad de control del agente de ajuste de la adhesión. Como resultado, tal como se describió anteriormente, puede controlarse el grado de adhesión incluso en las condiciones en las que el grado de adhesión en la superficie de contacto entre el vidrio y la película de capa intermedia aumenta por el estabilizador de dispersión.

En la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, cuando se mide en las condiciones en las que la concentración de partículas finas de ITO es del 0,7% en peso, y se usa una celda de vidrio que tiene una longitud de camino óptico de 1 mm, la transmitancia de luz visible es del 80% o más, la transmitancia de radiación solar a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm es de 3/4 o menos de la transmitancia de luz visible, el valor de turbidez es del 1,0% o menos, y el índice de amarillo por reflexión es de -20 o más. Alternativamente, el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica en las condiciones de medición anteriores es de 30 o menos.

Entre estos, cada uno del valor de turbidez, el índice de amarillo por reflexión y el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica refleja el estado de dispersión de las partículas finas de ITO en la dispersión de partículas finas de ITO. La relación entre la transmitancia de luz visible y la transmitancia de radiación solar refleja las propiedades de blindaje térmico de las propias partículas finas de ITO. La transmitancia de luz visible y la transmitancia de radiación solar pueden medirse mediante el método definido en la norma industrial japonesa (JIS R 3106). El valor de turbidez puede medirse mediante el método definido en la norma industrial japonesa (JIS K 7105).

En la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, en el caso en el que la transmitancia de luz visible es de menos del 80%, la película de capa intermedia resultante, a su vez, el vidrio laminado puede tener una baja transmitancia de luz visible. En el caso en el que la transmitancia de radiación solar a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm es de más de 3/4 de la transmitancia de luz visible, la película de capa intermedia resultante, a su vez, el vidrio laminado puede ser inferior en cuanto a propiedades de blindaje térmico.

En la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, el índice de amarillo por reflexión es de -20 o más. El índice de amarillo por reflexión puede calcularse mediante la siguiente ecuación definida en la norma industrial japonesa (JIS K 7103). En la ecuación, X, Y y Z indican valores triestimulares debidos a la medición de reflexión de muestras de prueba en iluminante convencional C.

$$\text{Índice de amarillo por reflexión} = 100 (1,28X - 1,06Z) / Y$$

Como resultado de aglomeración secundaria de partículas finas de ITO, se produce dispersión de luz visible en un intervalo de longitud de onda corta y se induce nebulosidad del sistema de dispersión bajo una fuente de luz. Se cree que el motivo es el siguiente: cuando las partículas finas de ITO provocan aglomeración secundaria, el tamaño de partícula aumenta, provocando de ese modo dispersión de luz visible en un intervalo de longitud de onda corta. En proporción a un gran número de aglomerados, la reflectancia de la luz visible en un intervalo de longitud de onda corta se vuelve mayor y aumenta la nebulosidad. En este caso, se cree que la reflectancia (Z) de la luz visible en un intervalo de longitud de onda corta de la dispersión de partículas finas de ITO y la película de capa intermedia que contiene partículas finas de ITO es proporcional a la nebulosidad de las partículas finas de ITO en el sistema de dispersión. Es decir, se cree que la reflectancia (Z) de la luz visible en un intervalo de longitud de onda corta es proporcional al grado de aglomeración secundaria de las partículas finas de ITO, y en el caso en el que la dispersabilidad es escasa, la reflectancia (Z) de la luz visible en un intervalo de longitud de onda corta se vuelve mayor. En el caso de la misma concentración de ITO, la absorción de luz visible en un intervalo de longitud de onda media es casi la misma que la de la luz visible en un intervalo de longitud de onda larga, y por tanto X e Y son casi iguales. Por tanto, en el caso de la misma concentración de ITO, a medida que la reflectancia (Z) de la luz visible en un intervalo de longitud de onda corta se vuelve mayor, disminuye el valor del índice de amarillo por reflexión y aumenta la nebulosidad. Por tanto, el uso del índice de amarillo por reflexión (YI) como indicador hace posible obtener dispersabilidad de las partículas finas de ITO y obtener la transparencia de la dispersión de partículas finas de ITO y la película de capa intermedia que contiene partículas finas de ITO. En el caso de partículas finas de ITO que tienen diferentes concentraciones, puesto que cambian los valores de X e Y y aumenta el nivel del índice de amarillo por reflexión, no puede realizarse simplemente una comparación relativa.

En el caso en el que el valor de turbidez de la dispersión de partículas finas de ITO es de más del 1,0% o el índice de amarillo por reflexión es de menos de -20, las partículas finas de ITO no están lo suficientemente dispersadas y la película de capa intermedia resultante, a su vez, el vidrio laminado tiene un escaso valor de turbidez y escaso índice de amarillo por reflexión. En el caso en el que el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica es de más de 30, se produce nebulosidad a un cierto ángulo, dando como resultado una escasa transparencia.

En la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, siempre que la transmitancia de luz visible (Tv),

la transmitancia de radiación solar (Ts), el valor de turbidez, el índice de amarillo por reflexión y la reflectancia tal como se determina un goniofotómetro estén dentro del intervalo anterior, la concentración de las partículas finas de ITO no está específicamente limitada. La dispersión puede contener un plastificante para una película de capa intermedia, un disolvente orgánico que contiene alcoholes como componente principal y un estabilizador de dispersión, y cada contenido no está específicamente limitado.

El límite inferior de la concentración de partículas finas de ITO es preferiblemente del 0,1% en peso y el límite superior es preferiblemente del 95,0% en peso. En el caso en el que la concentración de las partículas finas de ITO no está dentro del intervalo anterior, puede resultar difícil dispersar de manera uniforme las partículas finas de ITO.

El límite inferior de la concentración de partículas finas de ITO es más preferiblemente del 10% en peso y el límite superior es más preferiblemente del 60% en peso.

El contenido del plastificante para una película de capa intermedia es preferiblemente de desde aproximadamente el 1 hasta el 99,9% en peso, el contenido del disolvente orgánico que contiene alcoholes como componente principal es preferiblemente de desde aproximadamente el 0,02 hasta el 25% en peso, y el contenido del estabilizador de dispersión es preferiblemente de desde aproximadamente el 0,0025 hasta el 30% en peso. La concentración de las partículas finas de ITO es más preferiblemente de desde aproximadamente el 10 hasta el 60% en peso, el contenido del plastificante para una película de capa intermedia es más preferiblemente de desde aproximadamente el 10 hasta el 85% en peso, el contenido del disolvente orgánico que contiene alcoholes como componente principal es más preferiblemente de desde aproximadamente el 0,5 hasta el 10% en peso, y el contenido del estabilizador de dispersión es más preferiblemente de desde aproximadamente el 0,02 hasta el 20% en peso.

En la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, cuando la dispersión de partículas finas de ITO que tiene unas partículas finas de ITO del 10,0 al 95,0% en peso se deja en reposo durante un periodo largo, o se diluye con el plastificante para una película de capa intermedia de modo que se ajuste la concentración de las partículas finas de ITO al 40,0% en peso, el tamaño de partícula volumétrico medio de las partículas finas de ITO es preferiblemente de 80 nm o menos y el tamaño de partícula a una acumulación del 90% (D90) es preferiblemente de 160 nm o menos. En el caso en el que el tamaño de partícula volumétrico medio es de más de 80 nm o D90 es de más de 160 nm, cuando se mezcla con la resina para fabricar una película de capa intermedia, la partícula promedio de las partículas finas de ITO en la película de capa intermedia puede aumentar, dando como resultado una escasa transparencia. En la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, incluso cuando la concentración de las partículas finas de ITO disminuye hasta el 10,0% en peso por dilución, el tamaño de partícula volumétrico medio de las partículas finas de ITO es más preferiblemente de 80 nm o menos y D90 es más preferiblemente de 160 nm o menos. Aunque la dispersión de partículas finas de ITO esté parcial o totalmente solidificada, se recupera la fluidez mediante agitación o removido vigoroso, y el tamaño de partícula volumétrico medio se vuelve de 80 nm o menos y el tamaño de partícula a una acumulación del 90% (D90) se vuelve de 160 nm o menos.

El método para fabricar la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención es un método para mezclar el disolvente orgánico que contiene alcohol como componente principal (es decir, disolvente de alcohol), el estabilizador de dispersión, las partículas finas de ITO y el plastificante para una película de capa intermedia, y dispersar las partículas finas de ITO. La presente invención incluye este método para fabricar la dispersión de partículas finas de ITO.

En el método para fabricar la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, como aspecto específico de mezclar el disolvente de alcohol, el estabilizador de dispersión, las partículas finas de ITO y el plastificante para una película de capa intermedia, estos componentes pueden mezclarse simultáneamente, o puede prepararse previamente una disolución mezclada que contiene el disolvente de alcohol, el estabilizador de dispersión y las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño y puede añadirse la disolución mezclada al plastificante para una película de capa intermedia, dispersando de ese modo las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño en el plastificante para una película de capa intermedia, o pueden dispersarse las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño en el plastificante para una película de capa intermedia añadiendo el plastificante para una película de capa intermedia a la disolución mezclada. Como plastificante para una película de capa intermedia, puede usarse un plastificante que contiene un disolvente de alcohol y/o un estabilizador de dispersión. La razón de composición de la dispersión puede ajustarse mediante evaporación hasta que la concentración del disolvente orgánico que contiene alcoholes como componente principal alcanza una concentración predeterminada.

En la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, puede prepararse previamente una disolución mezclada que contiene una alta concentración de partículas finas de ITO dispersas en la misma y puede diluirse la disolución mezclada con el plastificante para una película de capa intermedia, o un plastificante para una película de capa intermedia que contiene el disolvente de alcohol y el estabilizador de dispersión hasta que la concentración de las partículas finas de ITO alcanza una concentración predeterminada. En la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, un procedimiento de dilución de este tipo hace posible obtener una dispersión de partículas finas de ITO libre de choque de disolvente, en la que el tamaño de partícula volumétrico medio de partículas finas de ITO es de 80 nm o menos, y el tamaño de partícula a una acumulación del 90% (D90) es de 160 nm o menos, seleccionando apropiadamente el plastificante para una película de capa intermedia, el disolvente de alcohol y el

estabilizador de dispersión.

En el método para fabricar la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, el aparato usado para mezclar y dispersar no está específicamente limitado. Por ejemplo, puede usarse una extrusora, un plastógrafo, un molino de bolas, un molino de perlas, una trituradora con arena, una amasadora, una mezcladora Banbury y cilindro de calandrado.

Usando una composición de resina obtenida mezclando la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención con la resina, puede fabricarse una película de capa intermedia para vidrio laminado con propiedades de blindaje frente a rayos térmicos. Este vidrio laminado puede tener excelentes características ópticas y excelentes propiedades de blindaje térmico porque las partículas finas de ITO están altamente dispersadas.

En la película de capa intermedia, las partículas finas de ITO se dispersan preferiblemente de tal manera que el tamaño de partícula promedio sea de 80 nm o menos. En el caso en el que el tamaño de partícula promedio es de más de 80 nm, se produce una intensa dispersión de luz visible debido a las partículas finas de ITO y la película de capa intermedia resultante puede ser inferior en cuanto a transparencia. Como resultado, el valor de turbidez empeora cuando el vidrio laminado se ensambla y, por tanto, se vuelve imposible obtener la alta transparencia requerida para un vidrio frontal de automóviles.

En la película de capa intermedia, las partículas finas de ITO se dispersan preferiblemente de tal manera que el número de partículas que tienen un tamaño de partícula de 100 nm o más es de una por μm^2 o menos. Es decir, las partículas finas de ITO se dispersan comúnmente de tal manera que, cuando se fotografía una película de capa intermedia con blindaje frente a rayos térmicos para vidrio laminado y se observa mediante un microscopio electrónico de transmisión, no se encuentran partículas finas de ITO que tienen un tamaño de partícula de 100 nm o más o, si las hubiera, el número de partículas finas de ITO que tienen un tamaño de partícula de 100 nm o más es únicamente de una por μm^2 . Cuando se fabrica un vidrio laminado usando la película de capa intermedia en tal estado de dispersión, el vidrio laminado resultante tiene un bajo valor de turbidez y es excelente en cuanto a la transparencia y las propiedades de blindaje térmico. La observación se lleva a cabo usando un microscopio electrónico de transmisión (modelo H-7100FA, fabricado por Hitachi, Ltd.) a una tensión de aceleración de 100 kV.

La resina que va a mezclarse con la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención no está específicamente limitada. Por ejemplo, puede ser una resina conocida que se usa generalmente como resina transparente de la película de capa intermedia para vidrio laminado. Los ejemplos específicos de la resina incluyen resina de polivinilacetato, resina de poliuretano, resina de etileno-acetato de vinilo, resina de copolímero acrílico que incluye, como unidad constituyente, ácido acrílico o ácido metacrílico, o derivados de los mismos, y resina de copolímero de cloruro de vinilo-etileno-metacrilato de glicidilo. Entre estas resinas, la resina de polivinilacetato es preferible. Estas resinas pueden fabricarse fácilmente mediante un método conocido o un método análogo al método conocido.

La resina de polivinilacetato no está específicamente limitada siempre que sea una resina de polivinilacetato obtenida mediante la acetalización de poli(alcohol vinílico) con aldehído, y es de manera particularmente preferible polivinilbutiral. El poli(alcohol vinílico) se obtiene habitualmente mediante la saponificación de poli(acetato de vinilo), y se usa generalmente un poli(alcohol vinílico) que tiene un grado de saponificación del 80 al 99,8% molar.

El peso molecular y la distribución de peso molecular de la resina de polivinilacetato no están específicamente limitados. En vista de la conformabilidad y las propiedades físicas, el límite inferior del grado de polimerización de la resina de poli(alcohol vinílico) como material es preferiblemente de 200 y el límite superior es preferiblemente de 3000. En el caso en el que el grado de polimerización es de menos de 200, el vidrio laminado resultante puede ser inferior en cuanto a la resistencia a la penetración. Por otra parte, en el caso en el que el grado de polimerización es de más de 3000, la película de resina es inferior en cuanto a la conformabilidad y también la película de resina tiene una rigidez demasiado alta, dando como resultado una escasa procesabilidad. El límite inferior del grado de polimerización es más preferiblemente de 500 y el límite superior es más preferiblemente de 2000.

Además, el aldehído usado para la acetalización no está específicamente limitado. En general, se usa un aldehído que tiene de 1 a 10 átomos de carbono. Los ejemplos del mismo incluyen n-butilaldehído, isobutilaldehído, n-valeraldehído, 2-etilbutilaldehído, n-hexilaldehído, n-octilaldehído, n-nonilaldehído, n-decilaldehído, formaldehído, acetaldehído y benzaldehído. Entre estos aldehídos, n-butilaldehído, n-hexilaldehído y n-valeraldehído son preferibles, y butilaldehído que tiene 4 átomos de carbono es particularmente preferible.

El polivinilacetato es preferiblemente polivinilbutiral acetalizado por butilaldehído. Teniendo en cuenta las propiedades físicas requeridas, estas resinas de acetal pueden mezclarse apropiadamente en combinación. Además, puede usarse apropiadamente una resina de copolivinilacetato en combinación con aldehído en la acetalización. El límite inferior del grado de acetalización de la resina de polivinilacetato usada en la presente invención es preferiblemente del 40% y el límite superior es preferiblemente del 85%. El límite inferior es más preferiblemente del 60% y el límite superior es más preferiblemente del 75%.

Quando se usa una resina de polivinilacetato como resina, la composición de resina contiene preferiblemente de 20 a 60 partes en peso de un plastificante para una película de capa intermedia y de 0,1 a 3 partes en peso de partículas finas de ITO basándose en 100 partes en peso de la resina de polivinilacetato. En el caso en el que la cantidad del plastificante para una película de capa intermedia es de menos de 20 partes en peso, puede disminuir la resistencia a la penetración. Por otro lado, en el caso en el que la cantidad es de más de 60 partes en peso, se produce exudación del plastificante y disminuyen la transparencia o adhesión de la película de capa intermedia de blindaje frente a rayos térmicos para vidrio laminado, y por tanto el vidrio laminado resultante puede tener una gran deformación óptica. El límite inferior de la cantidad del plastificante para una película de capa intermedia es más preferiblemente de 30 partes en peso y el límite superior es más preferiblemente de 60 partes en peso. En el caso en el que la cantidad de las partículas finas de ITO es de menos de 0,1 partes en peso, puede no ejercerse un efecto de blindaje frente a rayos térmicos suficiente. Por otro lado, en el caso en el que la cantidad es de más de 3,0 partes en peso, puede disminuir la transmitancia de luz visible y puede aumentar el valor de turbidez.

Preferiblemente, la composición de resina contiene además un agente de ajuste de la adhesión. El agente de ajuste de la adhesión no está específicamente limitado, y se usa preferiblemente una sal de metal alcalino y/o una sal de metal alcalinotérreo. La sal de metal alcalino y/o la sal de metal alcalinotérreo no están específicamente limitadas y los ejemplos de las mismas incluyen sales de potasio, sodio y magnesio. El ácido que constituye las sales no está específicamente limitado y los ejemplos del mismo incluyen ácidos orgánicos, por ejemplo, ácidos carboxílicos tales como ácido octílico, ácido hexílico, ácido butírico, ácido acético y ácido fórmico; y ácidos inorgánicos tales como ácido clorhídrico y ácido nítrico.

Entre las sales de metal alcalino y/o las sales de metal alcalinotérreo anteriores, son preferibles una sal de metal alcalino y una sal de metal alcalinotérreo de un ácido orgánico que tiene de 2 a 16 átomos de carbono, y son preferibles una sal de magnesio de ácido carboxílico que tiene de 2 a 16 átomos de carbono, y una sal de potasio de ácido carboxílico que tiene de 2 a 16 átomos de carbono.

La sal de magnesio o potasio de ácido carboxílico que tiene de 2 a 16 átomos de carbono no está específicamente limitada, y por ejemplo, se usan preferiblemente acetato de magnesio, acetato de potasio, propionato de magnesio, propionato de potasio, 2-etilbutanoato de magnesio, 2-etilbutanoato de potasio, 2-etilhexanoato de magnesio y 2-etilhexanoato de potasio. Estas sales pueden usarse solas o en combinación.

La cantidad de la sal de metal alcalino y/o la sal de metal alcalinotérreo no está específicamente limitada. Por ejemplo, cuando la resina es una resina de polivinilacetato, el límite inferior de la cantidad es preferiblemente de 0,001 partes en peso basándose en 100 partes en peso de la resina de polivinilacetato, y el límite superior es preferiblemente de 1,0 partes en peso. En el caso en el que la cantidad es de menos de 0,001 partes en peso, el grado de adhesión en la proximidad de la película de capa intermedia de blindaje frente a rayos térmicos para vidrio laminado puede disminuir en una atmósfera de alto contenido en humedad. En el caso en el que la cantidad es de más de 1,0 partes en peso, el grado de adhesión puede disminuir en exceso y puede perderse la transparencia de la película de capa intermedia de blindaje frente a rayos térmicos para vidrio laminado. El límite inferior de la cantidad es más preferiblemente de 0,01 partes en peso y el límite superior es más preferiblemente de 0,2 partes en peso.

Preferiblemente, la composición de resina contiene además un antioxidante. El antioxidante no está específicamente limitado y los ejemplos del antioxidante fenólico incluyen 2,6-di-terc-butil-p-cresol (BHT) ("Sumilizer BHT", fabricado por Sumitomo Chemical Industries Co., Ltd.) y tetrakis-[metilen-3-(3'-5'-di-t-butil-4'-hidroxifenil)propionato]-metano (Irganox 1010, fabricado por Ciba Geigy Ltd.). Estos antioxidantes pueden usarse solos o en combinación. La cantidad del antioxidante no está específicamente limitada. Por ejemplo, cuando la resina es una resina de polivinilacetato, el límite inferior de la cantidad es preferiblemente de 0,01 partes en peso basándose en 100 partes en peso de la resina de polivinilacetato, y el límite superior es preferiblemente de 5,0 partes en peso.

Preferiblemente, la composición de resina contiene además un agente de absorción de radiación ultravioleta. El agente de absorción de radiación ultravioleta no está específicamente limitado y los ejemplos del mismo incluyen compuesto basado en benzotriazol, compuesto basado en benzofenona, compuesto basado en triazina y compuesto basado en benzoato.

El compuesto basado en benzotriazol no está específicamente limitado y los ejemplos del mismo incluyen 2-(2'-hidroxi-5'-metilfenil)benzotriazol (Tinuvin P, fabricado por Ciba Geigy Ltd.), 2-(2'-hidroxi-3',5'-di-t-butilfenil)benzotriazol (Tinuvin 320, fabricado por Ciba Geigy Ltd.), 2-(2'-hidroxi-3'-t-butil-5'-metilfenil)-5-clorobenzotriazol (Tinuvin 326, fabricado por Ciba Geigy Ltd.) y 2-(2'-hidroxi-3',5'-di-amilfenil)benzotriazol (Tinuvin 328, fabricado por Ciba Geigy Ltd.).

El compuesto basado en benzofenona no está específicamente limitado, y los ejemplos del mismo incluyen octabenzona (Chimassorb 81, fabricado por Ciba Geigy Ltd.). El compuesto basado en triazina no está específicamente limitado y los ejemplos del mismo incluyen 2-(4,6-difenil-1,3,5-triazin-2-il)-5-[(hexil)oxi]-fenol (Tinuvin 1577FF, fabricado por Ciba Geigy Ltd.). Además, el compuesto basado en benzoato no está específicamente limitado y los ejemplos del mismo incluyen 3,5-di-terc-butil-4-hidroxibenzoato de 2,4-di-terc-butilfenilo (Tinuvin 120, fabricado por Ciba Geigy Ltd.).

La cantidad del agente de absorción de radiación ultravioleta no está específicamente limitada. Por ejemplo, cuando la resina es una resina de polivinilacetato, el límite inferior de la cantidad es preferiblemente de 0,01 partes en peso basándose en 100 partes en peso de la resina de polivinilacetato, y el límite superior es preferiblemente de 5,0 partes en peso. En el caso en el que el límite inferior es de menos de 0,01 partes en peso, apenas puede ejercerse el efecto de absorción de la radiación ultravioleta. En el caso en el que el límite superior es de más de 5,0 partes en peso, puede deteriorarse la resistencia a la intemperie de la resina. El límite inferior es más preferiblemente de 0,05 partes en peso y el límite superior es más preferiblemente de 1,0 partes en peso.

Si es necesario, la película de capa intermedia para vidrio laminado que incluye la composición de resina puede contener aditivos tales como fotoestabilizadores, tensioactivos, retardadores de la llama, agentes antiestáticos, agentes de resistencia a la humedad, colorantes, agentes de reflexión de rayos térmicos y agentes de absorción de rayos térmicos. Aunque la cantidad completa del estabilizador de dispersión contenido en la composición de resina puede derivarse a partir de la dispersión de partículas finas de ITO de la presente invención, el estabilizador de dispersión puede añadirse por separado cuando la cantidad es insuficiente. En este caso, puede usarse el mismo estabilizador de dispersión que el descrito anteriormente.

El método para fabricar la película de capa intermedia para vidrio laminado de la presente invención no está específicamente limitado e incluye, por ejemplo, un método para mezclar la dispersión de resina de ITO de la presente invención con la resina anterior, y un plastificante para una película de capa intermedia y/o aditivos, que se añaden opcionalmente, de tal manera que la concentración final de las partículas finas de ITO está dentro de un intervalo previsto para obtener una composición de resina, y formar la mezcla para dar una película usando un método de formación de película convencional tal como método de extrusión, método de calandrado o método de prensado. Entre estos métodos, es preferible un método de extrusión usando una máquina extrusora en la que dos ejes están dispuestos en paralelo y puede potenciar adicionalmente el valor de turbidez. Usando la película de capa intermedia para vidrio laminado resultante, puede fabricarse un vidrio laminado que tiene excelentes propiedades de blindaje frente a rayos térmicos. El método para fabricar el vidrio laminado puede ser un método conocido de manera convencional.

La película de capa intermedia para vidrio laminado de la presente invención se usa de manera convencional en el estado de estar interpuesta entre vidrios laminados. Como vidrio se usan, por ejemplo, vidrio de alta absorción de rayos térmicos, vidrio transparente y vidrio verde. El vidrio de alta absorción de rayos térmicos tal como se usa en el presente documento se refiere a un vidrio de absorción de rayos térmicos en el que la transmitancia de luz visible es del 75% o más y la transmitancia es del 65% o menos en un intervalo de longitud de onda completo dentro de un intervalo de desde 900 hasta 1300 nm.

La película de capa intermedia y el vidrio laminado de la presente invención tienen propiedades de blindaje frente a rayos térmicos, por ejemplo, en condiciones de medición en las que una película de capa intermedia que tiene un grosor de 0,76 mm se interpone entre hojas de vidrio transparente que tienen un grosor de 2,5 mm, las propiedades de blindaje frente a ondas electromagnéticas a una frecuencia de 0,1 MHz a 26,5 GHz son de 10 dB o menos, el valor de turbidez es del 1,0% o menos, la transmitancia de luz visible es del 70% o más, la transmitancia de radiación solar a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm es del 80% o menos de la transmitancia de luz visible, y el índice de amarillo por reflexión es de -12 o más, que es preferiblemente de -10 o más, y más preferiblemente de -8 o más.

Las propiedades de blindaje frente a ondas electromagnéticas actúan como indicador que representa el grado de atenuación cuando una onda electromagnética a una frecuencia medida penetra a través de la película de capa intermedia o el vidrio laminado. En el caso en el que las propiedades de blindaje frente a ondas electromagnéticas son de 10 dB o menos, cuando se usa este vidrio laminado para el vidrio frontal para automóviles, puede usarse el último equipo de comunicación móvil en el automóvil sin provocar ningún problema.

El valor de turbidez de la película de capa intermedia o el vidrio laminado de la presente invención es del 1,0% o menos. En el caso en el que el valor de turbidez es del 1,0% o más, la transparencia de la película de capa intermedia o el vidrio laminado se vuelve insuficiente para un uso práctico.

En la película de capa intermedia o el vidrio laminado de la presente invención, la transmitancia de luz visible es del 70% o más. En el caso en el que la transmitancia de luz visible es de menos del 70%, la transparencia de la película de capa intermedia o el vidrio laminado se vuelve insuficiente para un uso práctico. Por tanto, se vuelve imposible pasar la regulación de vidrio frontal para automóviles, y por tanto la buena visibilidad se ve afectada de manera adversa.

En la película de capa intermedia o el vidrio laminado de la presente invención, la transmitancia de radiación solar a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm es del 80% o menos de la transmitancia de luz visible. En el caso en el que la transmitancia de luz visible es de más del 80%, la transparencia de la película de capa intermedia o el vidrio laminado se vuelve insuficiente para un uso práctico.

En la película de capa intermedia o el vidrio laminado de la presente invención, el índice de amarillo por reflexión es de -12 o más, preferiblemente de -10 o más, y más preferiblemente de -8 o más. Esto significa que es menos probable que se produzca dispersión de luz visible debido a partículas finas de ITO, dando como resultado menos nebulosidad. En este caso, cuando la concentración y el estado de dispersión son iguales, el índice de amarillo por reflexión depende de la longitud de camino óptico de la dispersión de partículas finas de ITO, el medio de dispersión y la calidad del vidrio. El índice de amarillo por reflexión de la dispersión de partículas finas de ITO es de -20 o más en las condiciones de medición debido al medio de dispersión anterior que usa una celda de vidrio que tiene una longitud de camino óptico de 1 mm. Cuando se ensambla el vidrio laminado, la longitud de camino óptico es más corta que la descrita anteriormente y el medio contiene la resina de polivinilacetato. Por tanto, el índice de amarillo por reflexión del vidrio laminado es preferiblemente de -12 o más.

En la película de capa intermedia o el vidrio laminado de la presente invención, el valor de reflexión medido a 0 grados entre la distribución de luz reflejada a un ángulo de incidencia de 45 grados medido mediante una medición goniofotométrica es de 25 o menos, preferiblemente de 20 o menos, y más preferiblemente de 15 o menos. Esto significa que es menos probable que se produzca dispersión de luz visible debida a aglomeración secundaria de partículas finas de ITO, dando como resultado menos nebulosidad. En el caso en el que el valor de reflexión medido es de más de 25, puede producirse nebulosidad y la transparencia del vidrio laminado resultante se vuelve insuficiente para un uso práctico. En este caso, el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica es un valor obtenido restando un valor de reflexión medido, como referencia, de un vidrio laminado obtenido interponiendo una película de capa intermedia que no contiene partículas finas de ITO dispersadas en la misma entre dos hojas de vidrio transparente, a partir de los datos sin procesar de la película de capa intermedia o el vidrio laminado medidos a 0 grados entre la distribución de luz reflejada a un ángulo de incidencia de 45 grados.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

Ahora se describirá la presente invención con más detalle a modo de ejemplos. La medición y evaluación se llevaron a cabo mediante los siguientes procedimientos.

(A) Tamaño de partícula promedio primario de partículas finas de ITO

Se calculó el tamaño de partícula promedio primario a partir del valor medido del área superficial específica (BET) mediante la siguiente ecuación. Se ha confirmado que el tamaño de partícula promedio así determinado a partir del área superficial específica casi concuerda con el tamaño de partícula determinado mediante observación directa usando un microscopio electrónico de transmisión. Se midió el área superficial específica debida a un método de BET usando un medidor automático de área superficial Betasorb, modelo 4200, fabricado por Microtrac Inc.

$$a (\mu\text{m}) = 6/(\rho \times B)$$

(a: tamaño de partícula promedio, ρ : densidad relativa verdadera, B: área superficial específica (m^2/g))

(B) Constante de red cristalina de partículas finas de ITO

Se determinó la constante de red mediante el siguiente procedimiento. Usando un difractómetro automático de rayos X MO3X equipado con un monocromador, se realizó la corrección mediante un monocristal de silicio de alta pureza (99,9999%) y se calculó la separación a partir de un pico atribuido a un índice de plano (hkl), y después se determinó la constante de red mediante el método de los mínimos cuadrados.

(C) T_v y T_s de dispersión de partículas finas de ITO

Usando una dispersión de partículas finas de ITO para la evaluación (0,7% en peso) cargadas en una celda de vidrio que tenía una longitud de camino óptico de 1 mm, se midió la transmitancia a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm mediante un espectrofotómetro autográfico (U-4000, fabricado por Hitachi, Ltd.) y se determinaron la transmitancia de luz visible (T_v) a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 380 hasta 780 nm y la transmitancia de radiación solar (T_s) a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm según la norma industrial japonesa (JIS R 3106).

(D) Índice de amarillo por reflexión de dispersión de partículas finas de ITO

Usando la misma dispersión, celda de medición y espectrofotómetro autográfico que los usados en (C), se midió la reflectancia a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 380 hasta 780 nm y se calculó el índice de amarillo por reflexión según la norma industrial japonesa (JIS K 7103).

(E) Valor de turbidez de dispersión de partículas finas de ITO

Usando la misma dispersión y celda de medición que las usadas en (C), se midió el valor de turbidez mediante un turbidímetro con esfera integradora (fabricado por Tokyo Denshoku Co., Ltd.) según la norma industrial japonesa

(JIS K 7105).

(F) Medición goniofotométrica de partículas finas de ITO

5 Usando la misma dispersión y celda de medición que las usadas en (C), se midió la distribución de luz reflejada a un ángulo de incidencia de 45 grados mediante un goniofotómetro automático (GP-200, fabricado por Murakami Color Research Laboratory) usando una lámpara de halógeno como fuente de luz. Se recibe luz a un ángulo dentro de un intervalo de desde -90 hasta 90 grados y se midió un valor a 0 grados entre la distribución de luz reflejada. Tras medir un vidrio laminado obtenido interponiendo una película de capa intermedia que no contenía partículas finas de ITO dispersadas en la misma entre dos hojas de vidrio transparente, se determinó el valor a 0 grados y se tomó el valor resultante como referencia. La medición de la dispersión se realizó de la misma manera y se tomó el valor obtenido restando la referencia del valor medido como un valor de reflexión medido. La medición se realizó en las siguientes condiciones.

15 Intensidad de fuente de luz: 12 V, 50 W

Tipo de medición: medición de reflexión

20 Receptor de luz: fotomultiplicador

Ángulo de inclinación de muestra: 2,5 grados

Condiciones del receptor de luz:

25 AJ. DE SENSIBILIDAD: 999

AJ. DE ALTA TENSIÓN: 999

(G) Tamaño de partícula de partículas finas de ITO en dispersión de partículas finas de ITO

30 Usando un analizador de tamaño de partícula microtrac UPA fabricado por NIKKISO Co., Ltd., se determinó la distribución de tamaño de partícula de partículas finas de ITO en una dispersión de partículas finas de ITO que tenía una concentración de partículas finas de ITO del 10% en peso.

35 (H) Tv y Ts de vidrio laminado

Usando un espectrofotómetro autográfico (U-4000, fabricado por Hitachi, Ltd.), se midió la transmitancia a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm del vidrio laminado y después se midieron la transmitancia de luz visible (Tv) a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 380 hasta 780 nm y la transmitancia de radiación solar (Ts) a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm según la norma industrial japonesa (JIS R 3106 "Testing method on transmittance, reflectance, and emittance of flat glasses, and evaluation of solar heat gain coefficient").

45 (I) Índice de amarillo por reflexión de vidrio laminado

Usando un espectrofotómetro autográfico (U-4000, fabricado por Hitachi, Ltd.), se midió la reflectancia a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 380 hasta 780 nm y después se calculó el índice de amarillo por reflexión según la norma industrial japonesa (JIS K 7103).

50 (J) Valor de turbidez de vidrio laminado

Usando un turbidímetro con esfera integradora (fabricado por Tokyo Denshoku Co., Ltd.), se midió el valor de turbidez del vidrio laminado según la norma industrial japonesa (JIS K7105).

55 (K) Propiedades de blindaje frente a ondas electromagnéticas (Δ dB) de vidrio laminado

Según el método KEC (método para someter a prueba el efecto de blindaje frente a ondas electromagnéticas en un campo cercano), se midieron la pérdida por reflexión (dB) para la onda electromagnética dentro del intervalo de 0,1 a 10 MHz del vidrio laminado y la de un vidrio laminado flotado común con un grosor de 2,5 mm, respectivamente, y se compararon, y se describieron las diferencias mínima y máxima entre sus pérdidas por reflexión (dB). Con respecto a la pérdida por reflexión (dB) para onda electromagnética dentro del intervalo de 2 a 26,5 GHz, tras depositar una muestra de 600 mm cuadrados entre un par de antenas transceptoras, se recibieron por un analizador de espectro ondas de radio procedentes de un aparato generador de señales de radio y se evaluaron las propiedades de blindaje frente a ondas electromagnéticas de la muestra (método para someter a prueba la onda electromagnética en un campo lejano).

(L) Medición goniofotométrica de película de capa intermedia y vidrio laminado

Usando un goniofotómetro automático (GP-200, fabricado por Murakami Color Research Laboratory) y usando una lámpara de halógeno como fuente de luz, se determinó la distribución de luz reflejada a un ángulo de incidencia de 45 grados. Se recibe luz a un ángulo dentro de un intervalo de desde -90 hasta 90 grados y se midió un valor a 0 grados entre la distribución de luz reflejada. Tras medir un vidrio laminado obtenido interponiendo una película de capa intermedia que no contenía partículas finas de ITO dispersadas en la misma entre dos hojas de vidrio transparente, se determinó el valor a 0 grados y se tomó el valor resultante como referencia. Se realizó la medición del vidrio laminado para la evaluación y se tomó el valor obtenido restando la referencia del valor medido como un valor de reflexión medido. La medición se realizó en las siguientes condiciones.

Intensidad de fuente de luz: 12 V, 50 W

Tipo de medición: medición de reflexión

Receptor de luz: fotomultiplicador

Ángulo de inclinación de muestra: 2,5 grados

Condiciones del receptor de luz:

AJ. DE SENSIBILIDAD: 999

AJ. DE ALTA TENSIÓN: 999

(M) Estado de dispersión de partículas finas de ITO en película de capa intermedia

Tras preparar copos ultrafinos de la película de capa intermedia usando un microtomo, se fotografió la distribución de partículas finas de ITO y se observó en las siguientes condiciones usando un microscopio electrónico de transmisión (TEM, modelo H-7100FA, fabricado por Hitachi, Ltd.). La toma de fotografías se llevó a cabo en el intervalo de $3\ \mu\text{m} \times 4\ \mu\text{m}$ a 20.000 aumentos y se amplió en el momento de la impresión. Se sometió la imagen obtenida a una observación visual, se midieron los tamaños de partícula de todas las partículas finas de ITO en el alcance anteriormente observado, y se calculó el tamaño de partícula promedio como el tamaño de partícula volumétrico medio. En este caso, se decidió que el tamaño de partícula de partícula fina de ITO era el más largo de la partícula fina de ITO. Además, contando el número de las partículas finas que tenían un tamaño de partícula de 100 nm o más dentro del alcance observado anteriormente mencionado, dividiéndolas entre $12\ \mu\text{m}^2$ de un espacio observado para calcular el número de partículas por μm^2 .

(N) Adhesión de película de capa intermedia

Se evaluó la adhesión de la película de capa intermedia al vidrio en cuanto a un valor de pummel (golpeo). Debe entenderse que cuanto mayor es el valor de pummel, mayor es el grado de adhesión al vidrio, mientras que cuanto menor es el valor de pummel, menor es el grado de adhesión al vidrio. El método de prueba es el siguiente. En primer lugar, se dejó en reposo el vidrio laminado a una temperatura de $-18 \pm 0,6^\circ\text{C}$ durante 16 horas y después se trituró con un martillo que tenía una cabeza que pesaba 0,45 kg hasta que los fragmentos de vidrio tenían 6 mm o menos de diámetro. Se estimó el grado de exposición de la película tras la exfoliación parcial de vidrio mediante comparación con muestras límite clasificadas y se expresó el resultado en el valor de pummel según el programa mostrado a continuación en la tabla 3. Preferiblemente se ajusta el grado de adhesión de la película de capa intermedia al vidrio de modo que el valor de pummel está dentro de un intervalo de desde 3 hasta 6.

Ejemplos

Ejemplo 1

(Preparación de dispersión de partículas finas de ITO)

Se mezclaron 10 partes en peso de partículas finas de ITO (tamaño de partícula promedio primario: 20 nm, constante de red cristalina: $10,12\ \text{\AA}$), 1 parte en peso de un compuesto de éster del ácido fosfórico de alquil éter de polioxietileno como dispersante, 2 partes en peso de ácido 2-etilhexanoico, 3 partes en peso de acetilacetona, 4 partes en peso de etanol como disolvente orgánico y 80 partes en peso de di-2-hexanoato de trietilenglicol (3GO) y se dispersaron para preparar una dispersión de partículas finas de ITO. Esta composición se muestra en la tabla 1. Se diluyó esta dispersión de partículas finas de ITO con di-2-hexanoato de trietilenglicol (3GO) para ajustar la concentración de las partículas finas de ITO al 0,7% en peso para obtener una dispersión de partículas finas de ITO para la evaluación. En la tabla 2, se muestran la transmitancia de luz visible (T_v), la transmitancia de radiación solar (T_s), el valor de turbidez, el índice de amarillo por reflexión, el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica de la dispersión que tiene una concentración de ITO del 0,7% en peso. Con respecto a la

dispersión que tiene una concentración de ITO del 10% en peso, en la tabla 2 se muestran el tamaño de partícula volumétrico medio y el tamaño de partícula a una acumulación del 90% de las partículas finas de ITO (muestra n.º 1a).

Se mezclaron 34,5 partes en peso de partículas finas de ITO y un compuesto de éster del ácido fosfórico de alquil éter de polioxietileno, ácido 2-etilhexanoico, acetilacetona, etanol y 3GO, la cantidad de cada uno de los cuales se muestra en la tabla 1, para preparar una dispersión de partículas finas de ITO y después se diluyó la dispersión de partículas finas de ITO con 3GO para obtener una dispersión que tenía una concentración de ITO del 0,7% en peso y una dispersión que tenía una concentración de ITO del 10% en peso. De la misma manera que en el caso de la muestra n.º 1a, se determinaron propiedades físicas de estas dispersiones. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestra n.º 1b).

Además, se mezclaron 25 partes en peso de partículas finas de ITO y un compuesto de éster del ácido fosfórico de alquil éter de polioxietileno, ácido 2-etilhexanoico, acetilacetona, etanol y 3GO, la cantidad de cada uno de los cuales se muestra en la tabla 1, para preparar una dispersión de partículas finas de ITO, y después se diluyó la dispersión de partículas finas de ITO con 3GO para obtener una dispersión que tenía una concentración de ITO del 0,7% en peso y una dispersión que tenía una concentración de ITO del 10% en peso. De la misma manera que en el caso de la muestra n.º 1a, se determinaron propiedades físicas de estas dispersiones. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestra n.º 1c).

(Síntesis de polivinilbutiral)

Se añadieron 275 g de poli(alcohol vinílico) que tenía un grado de polimerización promedio de 1700 y una grado de saponificación del 99,2% molar a 2890 g de agua pura y después se disolvieron con calentamiento. Tras controlar la temperatura de la disolución hasta 15°C, se añadieron 201 g de ácido clorhídrico que tenía una concentración del 35% en peso y 157 g de n-butiraldehído, y después se mantuvo la disolución mezclada a 15°C, precipitando de ese modo un producto de reacción. Tras completarse la reacción manteniendo el sistema de reacción a 60°C durante 3 horas, se lavó la mezcla de reacción con una cantidad en exceso de agua para eliminar mediante lavado el n-butiraldehído sin reaccionar, se neutralizó con hidróxido de sodio, que es el agente de neutralización común, además se lavó con una cantidad excesiva de agua durante 2 horas y se secó para proporcionar resina de polivinilbutiral como un polvo blanco con un grado de butiralización promedio del 68,5% molar.

(Producción de película de capa intermedia de blindaje frente a rayos térmicos para vidrio laminado)

A 100 partes en peso de una resina de polivinilbutiral, se le añadieron 2,8 partes en peso de una dispersión de partículas finas de ITO (concentración de ITO: el 10% en peso, muestra n.º 1a) mostrada en la tabla 1, y se añadió 3GO para ajustar la concentración de ITO al 0,2% en peso. Después se añadieron 2-etilbutirato de magnesio y acetato de magnesio de manera apropiada para tener 60 ppm como contenido en magnesio a la mezcla de reacción. Se amasó en estado fundido exhaustivamente la mezcla con un rodillo de mezclado y se moldeó por presión con una máquina de moldeo por presión a 150°C durante 30 minutos para proporcionar una película de capa intermedia para vidrio laminado que tenía un grosor promedio de 0,76 mm.

(Producción de vidrio laminado)

Se interpuso la película de capa intermedia resultante entre dos vidrios laminados flotados transparentes (30 cm x 30 cm x 2,5 mm de grosor) y se colocó el conjunto en una bolsa de caucho y se desaireó a un vacío de 2660 Pa durante 20 minutos. Se transfirió el conjunto desaireado a un horno con succión y se prensó a vacío a 90°C durante 30 minutos. Se sometió el vidrio laminado preunido así obtenido a unión posterior en un autoclave a 135°C y 118 N/cm² durante 20 minutos para proporcionar un vidrio laminado. Se determinaron propiedades físicas del vidrio laminado. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestra n.º 1a).

Se mezcló una dispersión de partículas finas de ITO (concentración de ITO: el 34,5% en peso, muestra n.º 1b) mostrada en la tabla 1 con resina de polivinilbutiral y después se añadió magnesio en la misma cantidad que en el caso de la muestra n.º 1a para preparar películas de capa intermedia (grosor: 0,76 mm) en las que la concentración de las partículas finas de ITO es del 0,7% en peso y el 0,2% en peso. Usando las películas de capa intermedia resultantes, se fabricó un vidrio laminado de la misma manera que en el caso de la muestra n.º 1a. Se determinaron propiedades físicas del vidrio laminado. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestra n.º 1b).

Ejemplo 2

De la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque se usaron partículas finas de ITO que tenían un tamaño de partícula primario y una constante de red mostrados en la tabla 1 y se usaron tres clases de estabilizadores de dispersión y alcoholes, y también se usaron los componentes respectivos en las cantidades mostradas en la tabla 1, se preparó una dispersión de partículas finas de ITO. Los componentes de esta dispersión se muestran en la tabla 1. Se fabricó una película de capa intermedia mediante la dilución de la dispersión con un plastificante para una película de capa intermedia mostrado en la tabla 1 para ajustar la concentración de ITO al valor mostrado en la tabla

2, y después se fabricó un vidrio laminado usando la película de capa intermedia. Se determinaron y evaluaron propiedades físicas de la dispersión de partículas finas de ITO y del vidrio laminado. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestras n.º 2 a n.º 9).

5 Ejemplo 3

De la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque se usó un compuesto mostrado en la tabla 1 como plastificante para una película de capa intermedia y se usaron los componentes respectivos en las cantidades mostradas en la tabla 1, se preparó una dispersión de partículas finas de ITO. Los componentes de esta dispersión se muestran en la tabla 1. Se fabricó una película de capa intermedia mediante la dilución de la dispersión con un plastificante para una película de capa intermedia mostrado en la tabla 1 para ajustar la concentración de ITO al valor mostrado en la tabla 2, y después se fabricó un vidrio laminado usando la película de capa intermedia. Se determinaron y evaluaron propiedades físicas de la dispersión de partículas finas de ITO y del vidrio laminado. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestras n.º 10 a n.º 12).

(Ejemplo de prueba)

Usando partículas finas de ITO, un plastificante para una película de capa intermedia, un estabilizador de dispersión y alcoholes mostrados en la tabla 1 en la cantidad mostrada en la tabla 1, se fabricó una dispersión de partículas finas de ITO. Se fabricó una película de capa intermedia mediante la dilución de la dispersión con un plastificante para una película de capa intermedia mostrado en la tabla 1 para ajustar la concentración de ITO al valor mostrado en la tabla 2, y después se fabricó un vidrio laminado usando la película de capa intermedia. Se determinaron y evaluaron propiedades físicas de la dispersión de partículas finas de ITO y del vidrio laminado. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestras n.º 13 a n.º 14).

25 Ejemplo comparativo

Usando partículas finas de ITO que tenían una constante de red ligeramente grande y usando un plastificante para una película de capa intermedia, un estabilizador de dispersión y alcoholes mostrados en la tabla 1 en la cantidad mostrada en la tabla 1, se fabricó una dispersión de partículas finas de ITO. Usando partículas finas de ITO, un plastificante para una película de capa intermedia, un estabilizador de dispersión y alcoholes mostrados en la tabla 1 en la cantidad mostrada en la tabla 1, se fabricó una dispersión de partículas finas de ITO. Se fabricó un vidrio laminado usando estas dispersiones. Se determinaron y evaluaron propiedades físicas de la dispersión de partículas finas de ITO y del vidrio laminado. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestras n.º 15 a n.º 18).

De la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque no se usaron un estabilizador de dispersión ni alcoholes y sólo se usó un plastificante para una película de capa intermedia, se preparó una dispersión de partículas finas de ITO. Los componentes de esta dispersión se muestran en la tabla 1. Se fabricó un vidrio laminado usando la dispersión. Se determinaron y evaluaron propiedades físicas de la dispersión de partículas finas de ITO y del vidrio laminado. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestra n.º 19).

De la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque no se usaron alcoholes y se usó una clase de éster de sulfato o ácido n-buílico como estabilizador de dispersión, se preparó una dispersión de partículas finas de ITO. Los componentes de esta dispersión se muestran en la tabla 1. Se fabricó un vidrio laminado usando la dispersión. Se determinaron propiedades físicas de la dispersión de partículas finas de ITO y del vidrio laminado. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestras n.º 20 a n.º 21).

De la misma manera que en el ejemplo 1, excepto por el uso de los componentes de las muestras n.º 1a, n.º 2 y n.º 12 mostradas en la tabla 1, excluyendo alcoholes, se preparó una dispersión de partículas finas de ITO. Se fabricó un vidrio laminado usando la dispersión. Se determinaron propiedades físicas de la dispersión de partículas finas de ITO y del vidrio laminado. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestras n.º 22, n.º 23 y n.º 24).

De la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque no se usó un estabilizador de dispersión y se usaron un plastificante y alcoholes, se preparó una dispersión de partículas finas de ITO. Los componentes de esta dispersión se muestran en la tabla 1. Se fabricó un vidrio laminado usando la dispersión. Se determinaron propiedades físicas de la dispersión de partículas finas de ITO y del vidrio laminado. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestra n.º 25).

De la misma manera que en el ejemplo 1, excepto porque se usaron las mismas partículas finas de ITO y plastificante para una película de capa intermedia que los del ejemplo 1 y además un tensioactivo aniónico o un éster de ácido graso superior tal como se muestra en la tabla 1, se preparó una dispersión de partículas finas de ITO. Los componentes de esta dispersión se muestran en la tabla 1. Se fabricó un vidrio laminado usando la dispersión. Se determinaron propiedades físicas de la dispersión de partículas finas de ITO y del vidrio laminado. Los resultados se muestran en la tabla 2 (muestras n.º 26 a n.º 27).

Tal como se muestra la tabla 1 y la tabla 2, la dispersión de partículas finas de ITO y los vidrios laminados de los

ejemplos (n.º 1 a n.º 12) de la presente invención muestran alta transmitancia de luz visible (Tv), bajo valor de turbidez y alto valor absoluto del índice de amarillo por reflexión en comparación con las muestras comparativas (n.º 16 a n.º 21, n.º 25 a n.º 27). Los vidrios laminados de los ejemplos (n.º 1 a n.º 12) de la presente invención muestran un valor extremadamente bajo medido mediante una medición goniofotométrica, un tamaño de partícula volumétrico medio extremadamente bajo y un número extremadamente bajo de partículas que tienen un tamaño de partícula mayor de 100 nm en comparación con las muestras comparativas (n.º 16 a n.º 21, n.º 25 a n.º 27). En todas las muestras, el valor de pummel fue de 4 y se controló dentro de un intervalo preferido.

La muestra n.º 13 que no contenía ácido n-butírico como estabilizador de dispersión y la muestra n.º 14 que no contenía acetilacetona como estabilizador de dispersión son excelentes en cuanto a la transmitancia de luz visible, transmitancia de radiación solar, valor de turbidez, índice de amarillo por reflexión, valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica y valor de pummel.

En el caso de la muestra comparativa n.º 15 en la que las partículas finas de ITO tenían una constante de red ligeramente grande, la razón de la transmitancia de radiación solar con respecto a la transmitancia de luz visible no está dentro del intervalo de la presente invención. En el caso de las muestras comparativas (n.º 16 a n.º 21, n.º 25 a n.º 27), el valor de turbidez de la dispersión de partículas finas de ITO es de más del 1,0% y el índice de amarillo por reflexión es considerablemente menor de -20 y además el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica es de más de 40. El valor de turbidez de la película de capa intermedia para vidrio laminado es de más del 1,0% y el índice de amarillo por reflexión está dentro de un intervalo de desde -15 hasta -18 y además el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica está dentro de un intervalo de desde 29 hasta 66, y por tanto ninguno de ellos está dentro del intervalo de la presente invención.

En el caso de las muestras comparativas n.º 22 a n.º 24, el valor de turbidez de la dispersión de partículas finas de ITO es de más del 1,0% y el índice de amarillo por reflexión es de menos de -20 y además el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica es de más de 50. En el caso de las muestras n.º 22 y n.º 23, el valor de turbidez de la película de capa intermedia para vidrio laminado es del 1,0% o menos, mientras que el valor de turbidez es de más del 1,0% en el caso de la muestra n.º 24. El índice de amarillo por reflexión está dentro de un intervalo de desde -14 hasta -18 y el valor de reflexión medido mediante una medición goniofotométrica está dentro de un intervalo de desde 38 hasta 66, y por tanto ninguno de ellos está dentro del intervalo de la presente invención.

Tabla 1

N.º	Partículas finas de ITO			Plastificante para capa intermedia		Estabilizador de dispersión 1	
	Tamaño de partícula primario	Constante de red	Cantidad	Clase	Cantidad	Clase	Cantidad
1a	20	10,12	10	3GO	80	Éster de fosfato	1
1b	20	10,12	34,5	3GO	31	Éster de fosfato	3,4
1c	20	10,12	25	3GO	50	Éster de fosfato	2,5
2	25	10,14	30	3GO	55	Éster de fosfato	5
3	80	10,15	50	3GO	30	Éster de fosfato	6
4	70	10,14	60	3GO	10	Éster de fosfato	4
5	30	10,11	20	3GO	75	Éster de sulfato	0,01
6	45	10,14	40	3GO	45	Éster de sulfato	2
7	60	10,16	10	3GO	85	Éster de sulfato	0,5
8	40	10,14	30	3GO	55	Poli(alcohol vinílico)	2
9	50	10,15	50	3GO	24	Poli(alcohol vinílico)	7
10	20	10,12	10	3GH	80	Éster de fosfato	1
11	20	10,12	10	4GO	80	Éster de fosfato	1
12	20	10,12	10	DHA	80	Éster de fosfato	1
13	20	10,12	10	3GO	79	Éster de sulfato	2
14	20	10,12	10	3GO	79	Éster de sulfato	2
15	20	10,18	10	3GO	76	Éster de sulfato	2
16	210	10,16	10	3GO	76	Éster de sulfato	2
17	20	10,12	10	3GO	78	-	-
18	20	10,12	10	3GO	81	-	-
19	20	10,12	10	3GO	90	-	-
20	20	10,12	10	3GO	88	Éster de sulfato	2
21	20	10,12	10	3GO	87	-	-
22	20	10,12	10	3GO	84	Éster de fosfato	1
23	25	10,14	30	3GO	62	Éster de fosfato	5
24	20	10,12	10	DHA	84	Éster de fosfato	1
25	20	10,12	10	3GO	84	-	-

26	20	10,12	10	3GO	88	Éster de ácido graso superior: 2% en peso
27	20	10,12	Partículas finas de ITO: 30 partes en peso, ftalato de di-2-etilhexilo: 70 partes en peso, tensioactivo aniónico: 3 partes en peso			

(Nota) El tamaño de partícula primario es un tamaño de partícula promedio primario (nm), la unidad de la constante de red es Å, el éster de ácido graso es éster de ácido graso de poliglicerina, y la unidad de la cantidad es el % en peso.

5

Tabla 1 (continuación)

N.º	Estabilizador de dispersión 2		Estabilizador de dispersión 3		Alcoholes	
	Clase	Cantidad	Clase	Cantidad	Clase	Cantidad
1a	ácido 2-etilhexanoico	2	Acetilacetona	3	Etanol	4
1b	ácido 2-etilhexanoico	7	Acetilacetona	10,3	Etanol	13,8
1c	ácido 2-etilhexanoico	5	Acetilacetona	7,5	Etanol	10
2	ácido 2-etilbutírico	2	Acetilacetona	1	Metanol	7
3	ácido n-hexanoico	3	Acetilacetona	6	Isopropanol	5
4	ácido n-butírico	8	Benzoiltrifluoroacetona	8	Diacetona-alcohol	10
5	ácido n-hexanoico	0,005	Acetilacetona	0,005	Etanol	4,98
6	ácido 2-etilhexanoico	5	Benzoiltrifluoroacetona	2	Isopropanol	6
7	ácido 2-etilbutírico	1	Benzoiltrifluoroacetona	3	Diacetona-alcohol	0,5
8	ácido n-butírico	3	Benzoiltrifluoroacetona	5	Metanol	5
9	ácido n-hexanoico	4	Benzoiltrifluoroacetona	7	Diacetona-alcohol	8
10	ácido 2-etilhexanoico	2	Acetilacetona	3	Etanol	4
11	ácido 2-etilhexanoico	2	Acetilacetona	3	Etanol	4
12	ácido 2-etilhexanoico	2	Acetilacetona	3	Etanol	4
13	-	-	Acetilacetona	3	Isopropanol	6
14	ácido n-butírico	3	-	-	Isopropanol	6
15	ácido n-butírico	3	Acetilacetona	3	Isopropanol	6
16	ácido n-butírico	3	Acetilacetona	3	Isopropanol	6
17	ácido n-butírico	3	Acetilacetona	3	Isopropanol	6
18	-	-	Acetilacetona	3	Isopropanol	6
19	-	-	-	-	-	-
20	-	-	-	-	-	-
21	ácido n-butírico	3	-	-	-	-
22	ácido 2-etilhexanoico	2	Acetilacetona	3	-	-
23	ácido 2-etilbutírico	2	Acetilacetona	1	-	-
24	ácido 2-etilhexanoico	2	Acetilacetona	3	-	-
25	-	-	-	-	Isopropanol	6
26	Éster de ácido graso superior: 2% en peso				-	-
27	Partículas finas de ITO: 30 partes en peso, ftalato de di-2-etilhexilo: 70 partes en peso, tensioactivo aniónico: 3 partes en peso				-	-

Tabla 2-1

N.º	dispersión de partículas finas de ITO						
	disolución al 0,7% en peso					disolución al 10% en peso	
	Tv, %	Ts, %	Turbidez, %	YI por reflexión	Valor medido de reflexión	Tamaño de partícula volumétrico, nm	D90, nm
1a	91,9	64,5	0,4	-8,1	4,6	43	75
1b	91,9	64,5	0,4	-8,1	4,7	43	75
1c	91,9	64,5	0,4	-8,1	5,0	43	75
2	91,7	64,5	0,5	-8,7	4,7	44	76
3	89,2	60,3	0,8	-18,3	9,3	75	152
4	91,8	66,6	0,6	-11	5,3	42	74
5	91,5	64,1	0,5	-7,5	5,3	39	78
6	91,7	66,6	0,5	-11,3	4,8	38	73
7	91,6	66,4	0,6	-11,3	5,3	50	77
8	91,0	64,3	0,5	-9,8	4,9	42	80
9	90,2	65,6	0,6	-15,3	4,7	60	130
10	91,8	64,5	0,4	-8,5	4,8	45	78
11	91,9	64,5	0,4	-8,1	5,1	44	78
12	91,5	64,0	0,5	-8,9	4,8	48	80

13	91,8	65,5	0,5	-11,5	4,9	50	80
14	91,9	66,1	0,5	-11,9	5,2	52	85

(Nota) El YI por reflexión es un índice de amarillo por reflexión, el valor de reflexión es un valor medido mediante una medición goniofotométrica, el tamaño de partícula volumétrico es un tamaño de partícula volumétrico medio, las propiedades de blindaje electromagnético son (Δ dB) y el número de partículas que tienen un tamaño de partícula de 100 nm o más es (número/ μm^2).

5

Tabla 2-1 (continuación)

N.º	Película de capa intermedia para vidrio laminado									
	Concen- tración de ITO	Tv, %	Ts, %	Turbidez, %	Propiedades de transmisión electro- magnética	YI por reflexión	Valor medido de reflexión	Tamaño de partícula volumétrico, nm	Número de partículas que tienen un tamaño de partícula de 100 nm o más	Valor de pummel
1a	0,2	87,2	67,6	0,4	3	-4,0	1,1	55	0	4
1b	0,7	83,2	56,5	0,6	3	-7,3	3,6	70	0	4
	0,2	87,2	67,6	0,4	3	-3,9	1,2	50	0	4
1c	0,7	83,2	56,9	0,6	3	-7,5	3,7	70	0	4
2	0,2	87,9	67,6	0,4	3	-4,2	1,2	60	0	4
3	0,2	86,6	62,2	0,8	3	-7,9	2,1	78	1	4
4	0,7	83,5	58	0,7	3	-7,5	3,8	70	1	4
5	0,7	83,5	56,5	0,6	3	-5,7	3,6	58	0	4
6	0,2	87,4	67,5	0,4	3	-4,9	1,3	55	0	4
7	0,7	83,2	57,6	0,6	3	-7,4	4,2	65	0	4
8	0,2	87,0	65,9	0,5	3	-6,0	1,3	65	0	4
9	0,7	83,5	58	0,8	3	-7,5	3,6	70	1	4
10	0,2	87,3	66,6	0,4	3	-4,1	1,2	50	0	4
11	0,2	87,3	66,6	0,4	3	-3,9	1,2	50	0	4
12	0,2	87,0	65,7	0,5	3	-4,5	1,3	55	0	4
13	0,2	87,1	68,2	0,5	3	-5,5	1,3	60	0	6
14	0,2	87,0	68,1	0,5	3	-5,6	1,3	60	0	6

Tabla 2-2

N.º	dispersión de partículas finas de ITO						
	disolución al 0,7% en peso					disolución al 10% en peso	
	Tv, %	Ts, %	Turbidez, %	YI por reflexión	Valor medido de reflexión	Tamaño de partícula volumétrico, nm	D90, nm
15	91,9	69,2	0,4	-7,9	4,9	41	74
16	80,1	49,8	1,5	-30,8	68,9	180	280
17	82,0	54,0	2,1	-26,0	40,5	100	205
18	81,6	53,7	2,1	-26,0	72,4	100	200
19	80,2	50,6	3,2	-32,6	82,2	140	300
20	89,0	60,5	1,2	-24,0	53,4	85	170
21	81,1	52,8	2,8	-30,5	73,5	130	290
22	91,2	63,8	1,2	-22,5	50,2	85	170
23	90,9	63,5	1,3	-23,0	52,5	85	170
24	82,3	53,5	2,5	-30,0	72,8	120	270
25	81,8	53,8	2,2	-26,5	49,4	100	210
26	84,3	57,8	1,2	-23,5	39,7	83	165
27	84,0	57,4	1,2	-23,8	42,6	90	170

(Nota) El YI por reflexión es un índice de amarillo por reflexión, el valor de reflexión es un valor medido mediante una medición goniofotométrica, el tamaño de partícula volumétrico es un tamaño de partícula volumétrico medio, las propiedades de blindaje electromagnético son (Δ dB) y el número de partículas que tienen un tamaño de partícula de 100 nm o más es (número/ μm^2).

15

Tabla 2-2 (continuación)

N.º	Película de capa intermedia para vidrio laminado									
	Concen- tración de ITO	Tv, %	Ts, %	Turbidez, %	Propiedades de transmisión electro- magnética	YI por reflexión	Valor medido de reflexión	Tamaño de partícula volumétrico, nm	Número de partículas que tienen un tamaño de partícula de 100 nm o más	Valor de pummel
15	0,2	87,3	70,5	0,4	3	-3,6	1,3	48	0	4
16	0,2	76,0	48,8	1,5	3	-17,2	53,6	210	7	4
17	0,2	78,5	53,0	1,4	3	-17,1	39,6	105	3	3
18	0,2	78,1	52,5	1,4	3	-17,0	62,5	105	3	3
19	0,2	76,4	49,5	1,7	3	-18,1	65,6	125	4	3
20	0,2	86,2	62,2	1,2	3	-15,8	39,5	90	2	8
21	0,2	77,0	51,2	1,5	3	-17,6	59,6	120	4	3
22	0,2	86,4	67,0	0,7	3	-14,5	38,0	90	2	4
23	0,2	87,1	67,2	0,8	3	-15,1	39,0	90	2	4
24	0,2	78,2	52,2	1,8	3	-18,5	66,2	130	4	4
25	0,2	78,2	52,7	1,4	3	-17,1	50,0	110	3	3
26	0,2	80,5	51,8	1,2	3	-15,4	29,5	90	2	8
27	0,2	80,0	51,2	1,2	3	-15,6	31,1	90	2	8

Tabla 3

Grado de exposición de película de capa intermedia (%)	100	90	85	60	40	20	10	5	2 o menos
Valor de pummel	0	1	2	3	4	5	6	7	8

Aplicabilidad industrial

La dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño de la presente invención es excelente en cuanto a la dispersabilidad de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño y tiene una alta transparencia a un cierto ángulo, y además es menos probable que provoque choque de disolvente y mantiene un buen estado de dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño cuando se mezcla la dispersión con la resina. Esta dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es adecuada para la fabricación de una película de capa intermedia para vidrio laminado, y pueden obtenerse usando la dispersión una película de capa intermedia para vidrio laminado con excelentes propiedades de blindaje frente a rayos térmicos y un vidrio laminado que incluye la misma.

REIVINDICACIONES

1. Dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, comprendiendo la dispersión partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, un plastificante para una película de capa intermedia, un disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol, y estabilizadores de dispersión,
 en la que los alcoholes son el componente principal del disolvente orgánico,
 en la que en las condiciones de medición de la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño del 0,7% en peso y la longitud de camino óptico de una celda de vidrio de 1 mm,
 la transmitancia de luz visible es del 80% o más,
 la transmitancia de radiación solar a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 nm hasta 2100 nm es de 3/4 o menos de la transmitancia de luz visible,
 el valor de turbidez es del 1,0% o menos, y
 el índice de amarillo por reflexión es de -20 o más y/o el valor de reflexión a 0 grados entre la distribución de luz reflejada a un ángulo de incidencia de 45 grados medido mediante un goniofotómetro es de 30 o menos en las condiciones de medición de la longitud de camino óptico de la celda de vidrio de 1 mm; y
 en la que los estabilizadores de dispersión comprenden al menos uno seleccionado del grupo que consiste en compuesto basado en éster de sulfato, compuesto basado en éster de fosfato, ácido ricinoleico, ácido poliricinoleico, ácido policarboxílico, tensioactivo de tipo alcohol polihidroxilado, poli(alcohol vinílico) y polivinilbutiral, y al menos uno seleccionado del grupo que consiste en quelato, ácido inorgánico y ácido orgánico.
2. Dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 1,
 en la que el plastificante para una película de capa intermedia es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en adipato de dihexilo, di-2-etilhexanoato de trietilenglicol, di-2-etilhexanoato de tetraetilenglicol, di-2-etilbutirato de trietilenglicol, di-2-etilbutirato de tetraetilenglicol, di-heptanoato de tetraetilenglicol y di-heptanoato de trietilenglicol.
3. Dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 1,
 en la que el al menos un alcohol comprende al menos uno seleccionado del grupo que consiste en metanol, etanol, propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, sec-butanol, terc-butanol, alcohol laurílico, diacetona-alcohol, ciclohexanol, etilenglicol, dietilenglicol y trietilenglicol.
4. Dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 1,
 en la que la dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño contiene, como estabilizador de dispersión, tres componentes de compuesto basado en éster de fosfato, ácido orgánico y quelato.
5. Dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 1,
 en la que la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de desde el 0,1 hasta el 95% en peso,
 el contenido del plastificante para una película de capa intermedia es de desde el 1 hasta el 99,9% en peso,
 el contenido del disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol es de desde el 0,02 hasta el 25% en peso, y
 el contenido del estabilizador de dispersión es de desde el 0,0025 hasta el 30% en peso.
6. Dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 1,
 en la que la dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño se obtiene mediante la dilución de una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño que contiene partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, un plastificante para una película de capa intermedia, un disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol, y estabilizadores de dispersión, y en la que la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de desde el 0,1 hasta el 95% en peso, con un plastificante para una película de capa intermedia, o un plastificante para una película de

capa intermedia que contiene un disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol y/o un estabilizador de dispersión.

7. Dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 1,

en la que, cuando la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño se ajusta al 10,0% en peso mediante la dilución de una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño que tiene una concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño del 10,0% en peso o más, o cuando la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño se ajusta al 40,0% en peso mediante la dilución de una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño que tiene una concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño del 40,0% en peso o más,

el tamaño de partícula volumétrico medio de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de 80 nm o menos, y

el tamaño de partícula a una acumulación del 90% (D90) es de 160 nm o menos.

8. Dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 1.

en la que el tamaño de partícula promedio primario de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de 0,2 μm o menos.

9. Dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 1,

en la que la constante de red del cristal de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de desde 10,11 hasta 10,16 Å.

10. Método para fabricar la dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 1,

comprendiendo el método mezclar un disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol, estabilizadores de dispersión, partículas finas de óxido de indio dopado con estaño y plastificante para una película de capa intermedia, dispersando de ese modo las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño,

en el que los estabilizadores de dispersión comprenden al menos uno seleccionado del grupo que consiste en compuesto basado en éster de sulfato, compuesto basado en éster de fosfato, ácido ricinoleico, ácido poliricinoleico, ácido policarboxílico, tensioactivo de tipo alcohol polihidroxilado, poli(alcohol vinílico), y polivinilbutiral, y al menos uno seleccionado del grupo que consiste en quelato, ácido inorgánico y ácido orgánico.

11. Método para fabricar una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 10,

en el que se prepara una disolución mezclada que contiene el disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol, el estabilizador de dispersión y las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, y

esta disolución mezclada se mezcla con el plastificante para una película de capa intermedia para obtener una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño.

12. Método para fabricar una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 11,

en el que se prepara la disolución mezclada que contiene el disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol, el estabilizador de dispersión y las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño, y

se añade esta disolución mezclada al plastificante para una película de capa intermedia, o se añade el plastificante para una película de capa intermedia a esta disolución mezclada, dispersando de ese modo las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño.

13. Método para fabricar una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 11,

en el que se usa un plastificante que contiene un disolvente orgánico que contiene al menos un alcohol o un estabilizador de dispersión como plastificante para una película de capa intermedia.

14. Película de capa intermedia para vidrio laminado con blindaje térmico, que se forma usando una composición de resina de una mezcla de la dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 1 y una resina,
5 en la que, en las condiciones de medición en las que la película de capa intermedia que tiene un grosor de 0,76 mm se interpone entre hojas de vidrio transparente que tienen un grosor de 2,5 mm, propiedades de blindaje frente a ondas electromagnéticas a una frecuencia de 0,1 MHz a 26,5 GHz son de 10 dB o menos,
10 el valor de turbidez es del 1,0% o menos,
la transmitancia de luz visible es del 70% o más,
15 la transmitancia de radiación solar a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm es del 80% o menos de la transmitancia de luz visible, y
20 el índice de amarillo por reflexión es de -12 o más y/o el valor de reflexión a 0 grados entre la distribución de luz reflejada a un ángulo de incidencia de 45 grados medido mediante una medición goniofotométrica es de 25 o menos.
15. Película de capa intermedia para vidrio laminado según la reivindicación 14,
25 en la que están contenidas de 20 a 60 partes en peso del plastificante para una película de capa intermedia y de 0,1 a 3 partes en peso de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño basándose en 100 partes en peso de una resina de polivinilacetato.
16. Película de capa intermedia para vidrio laminado según la reivindicación 15,
30 en la que la resina de polivinilacetato es una resina de polivinilbutiral.
17. Película de capa intermedia para vidrio laminado según la reivindicación 14,
35 en la que la composición de resina obtenida mezclando la dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño con la resina contiene además una sal de metal alcalino y/o una sal de metal alcalinotérreo como agente de ajuste de la adhesión.
18. Película de capa intermedia para vidrio laminado según la reivindicación 14,
40 en la que las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño tienen un tamaño de partícula promedio de 80 nm o menos y se dispersan de tal manera que el número de partículas que tienen un tamaño de partícula de 100 nm o más es de una por μm^2 o menos.
19. Vidrio laminado que comprende la película de capa intermedia para vidrio laminado según la reivindicación 14.
45
20. Vidrio laminado según la reivindicación 19,
50 en el que el vidrio laminado tiene propiedades de blindaje frente a rayos térmicos en el que el rendimiento de blindaje frente a ondas electromagnéticas a una frecuencia de 0,1 MHz a 26,5 GHz es de 10 dB o menos, el valor de turbidez es del 1,0% o menos, la transmitancia de luz visible es del 70% o más, la transmitancia de radiación solar a una longitud de onda dentro de un intervalo de desde 300 hasta 2100 nm es del 80% o menos de la transmitancia de luz visible, y el índice de amarillo por reflexión es de -12 o más y/o el valor de reflexión medido a 0 grados entre la distribución de luz reflejada a un ángulo de incidencia de 45 grados medido mediante una medición goniofotométrica es de 25 o menos.
55
21. Dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 1,
60 en la que los estabilizadores de dispersión comprenden quelato, ácido orgánico y compuesto basado en éster de fosfato,
el contenido de los estabilizadores de dispersión es de desde el 0,0025 hasta el 30% en peso, y
65 la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de desde el 10 hasta el 60% en peso.

22. Método para fabricar una dispersión de partículas finas de óxido de indio dopado con estaño según la reivindicación 10,
- 5 en el que los estabilizadores de dispersión comprenden quelato, ácido orgánico y compuesto basado en éster de fosfato,
- el contenido de los estabilizadores de dispersión es de desde el 0,0025 hasta el 30% en peso, y
- 10 la concentración de las partículas finas de óxido de indio dopado con estaño es de desde el 10 hasta el 60% en peso.