



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 618 545

51 Int. Cl.:

H01L 31/042 (2006.01) C08L 31/04 (2006.01) B32B 17/10 (2006.01) H01L 31/048 (2006.01) C08K 5/14 (2006.01) C08K 5/00 (2006.01) C08L 23/08 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: 05.04.2007 PCT/JP2007/057639

(87) Fecha y número de publicación internacional: 18.10.2007 WO07116928

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 05.04.2007 E 07741075 (1)

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 21.12.2016 EP 2003701

(54) Título: Película de sellado para célula solar y célula solar que utiliza dicha película de sellado

(30) Prioridad:

05.04.2006 JP 2006104272

Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 21.06.2017

(73) Titular/es:

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

(72) Inventor/es:

AOKI, ICHIRO y KATAOKA, HISATAKA

(74) Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

DESCRIPCIÓN

Película de sellado para célula solar y célula solar que utiliza dicha película de sellado

Antecedentes de la invención

Campo de la invención

15

35

La presente invención se refiere a una película de sellado para una célula solar que está constituida principalmente de copolímero de etileno-acetato de vinilo y a una célula solar que utiliza la película de sellado, particularmente una película de sellado y una célula solar que tienen excelente productividad y a un proceso para la preparación de la célula solar.

Descripción de la técnica relacionada

Se ha prestado atención especial a una célula solar (módulo de célula solar) como un dispositivo que convierte directamente energía solar en energía eléctrica desde puntos de vista de uso efectivo de recursos naturales y ecología, y han sido desarrolladas varias células solares.

Como se muestra en la figura 1, una célula solar tiene una estructura, en la que elementos fotovoltaicos de silicio 4 (elementos fotovoltaicos fabricados de silicio, etc.) están sellados por películas de sellado 3A, 3B de copolímero de etileno-acetato de vinilo (EVA) entre una placa de vidrio 1 como un material de protección del lado delantero transparente y un material de protección del lado trasero 2 (miembro que cubre el lado trasero). Una película de sellado dispuesta sobre el lado de recepción de la luz de los elementos fotovoltaicos se refiere a continuación como una película de sellado del lado trasero de los elementos fotovoltaicos se refiere a continuación como una película de sellado del lado trasero.

La célula solar se prepara por las siguientes etapas: una etapa que superpone una placa de vidrio 1, una película de EVA (película de sellado) 3A, elementos fotovoltaicos de silicio 4, una película de EVA (película de sellado) 3B y un miembro de cobertura del lado trasero 2 en este orden y una etapa que los endurece o reticula mediante calentamiento para combinarlos entre sí.

En la célula solar, se requiere estrictamente que la luz incidente sobre la célula solar sea introducida efectivamente en los elementos fotovoltaicos de la célula solar en la mayor medida posible desde el punto de vista de la mejora de la eficiencia de la generación de potencia. Por lo tanto, es deseable que la película de EVA tenga alta transparencia y, por lo tanto, tenga propiedades que transmiten luz solar casi incidente sin absorber y reflejar la luz solar. Además, cuando la célula solar se utiliza durante un periodo de tiempo largo, la película de EVA se descolora debido a la influencia de la luz y el calor para mostrar tendencia a reducir la transmitancia de la luz solar. Por lo tanto, se requiere una película de sellado de EVA con excelente resistencia a la luz y resistencia al calor.

Cuando se prepara una célula solar (módulo), incluso la película de EVA para sellado, que tiene transparencia, resistencia a la luz y resistencia al calor excelentes, requiere un largo periodo de tiempo en una etapa para sellar los elementos fotovoltaicos entre los sustratos transparentes. La etapa es desfavorable desde el punto de vista de la productividad y, por lo tanto, se desea una reducción del periodo de tiempo de la etapa. Con más detalle, en un proceso para superponer una placa de vidrio 1, una película de EVA del lado delantero (película de sellado) 3A, elementos fotovoltaicos de silicio 4, una película de EVA del lado trasero (película de sellado) 3B y un miembro de cubierta 2 del lado trasero en este orden y endurecerlos o reticularlos por calentamiento para combinarlos entre sí, la etapa de endurecimiento o reticulación de las películas de EVA requiere un periodo de diez minutos, que se considera la causa de requerir un periodo de tiempo largo para la preparación de la célula solar.

40 En general, una película de EVA se puede endurecer o reticular rápidamente utilizando un peróxido orgánico (reticulante) que tiene alta reactividad debido a la temperatura de vida media reducida. Sin embargo, con el uso del peróxido orgánico (por ejemplo, alquil-peroxi éster, peroxi cetal) que tiene temperatura de vida media reducida, la película de EVA reticulada es apta para generar burbujas con el uso de larga duración.

El documento de patente 1 (JP11-26791A) propone que se utilicen peróxido de dialquilo y alquilperoxi éster o peroxi cetal en una relación en peso de 10/90 a 90/10 como un peróxido orgánico (reticulante). Además, el documento de patente 1 describe que el uso de peróxidos orgánicos lleva consigo la reducción del periodo de tiempo de reticulación, de manera que se puede obtener una película reticulada libre de amarilleo y burbujas.

Documento de patente 1: JP 11-26791 A.

Se hace referencia también al documento JP 11-026791, que describe una película de sellado para una célula solar de acuerdo con el preámbulo de la reivindicación 1, JP 2000-095889 y WO 2006/085603 A.

Sumario de la invención

Problema a resolver por la invención

En ejemplos del documento de patente 1, se utilizan peróxido de dialquilo y alquilperoxi éster y/o peroxi cetal como peróxidos orgánicos en una relación en peso de 1/1 a 1/2. Los presentes inventores han revelado que el uso de los peróxidos orgánicos en la relación lleva consigo la reducción del periodo de tiempo de reticulación, pero la célula solar resultante es apta para sufrir de amarilleo y burbujas.

Los presentes inventores han estudiado el uso de los peróxidos orgánicos, y han demostrado que la combinación de peróxido de dialquilo como el componente principal con una pequeña cantidad de alquilperoxi éster lleva consigo una reducción del periodo de tiempo de la reticulación y la película resultante está libre de amarilleo y de burbujas.

A la vista de los aspectos anteriores, el objeto de la presente invención es proporcionar una película de sellado para célula solar que tiene productividad excelente y buena apariencia libre de amarilleo y de burbujas.

Además, el objeto de la presente invención es proporcionar una película de sellado para célula solar que tiene excelente productividad, buena apariencia y resistencia a la luz y resistencia al calor mejoradas.

Además, el objeto de la presente invención es proporcionar una célula sola que tiene excelente productividad y buena apariencia obtenidas utilizando la película de sellado para célula solar.

Adicionalmente, el objeto de la presente invención es proporcionar una célula solar que tiene excelente productividad, buena apariencia y resistencia a la luz y resistencia al calor mejoradas obtenida utilizando la película de sellado para célula solar.

Todavía el objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para preparar ventajosamente la célula solar.

Medios para resolver el problema

El objeto anterior se alcanza por la presente invención, es decir, una película de sellado para una célula solar que comprende copolímero de etileno-acetato de vinilo y un peróxido orgánico, en la que el peróxido orgánico comprende un peróxido orgánico A que tiene una temperatura de vida media de 10 horas de 110 a 130°C y un peróxido orgánico B que tiene una temperatura de vida media de 10 horas de 80 a 100°C, en la que una relación en peso (peróxido orgánico B/peróxido orgánico A) del peróxido orgánico B con respecto al peróxido orgánico A está en el rango de 3/97 a 9/91.

Las formas de realización preferidas de la película de sellado para una célula solar de acuerdo con la presente invención se describen a continuación:

(1) El peróxido orgánico A es un peróxido de dialquilo representado por la siguiente fórmula I:

[Fórmula 1]

en la que cada uno de R¹ representa independientemente un grupo alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, R² representa un grupo etileno, un grupo etinileno o un grupo fenileno, y cada uno de R³ representa independientemente un grupo alquilo ramificado de 3 a 5 átomos de carbono o un grupo fenilo, y

el peróxido orgánico B es peroxi éster representado por la siguiente fórmula II:

[Fórmula 2]

$$\begin{array}{c}
O \\
\parallel \\
R^{4}-O-O-C-O-R^{5}
\end{array}$$
 (II)

35

15

en la que R^4 representa un grupo alquilo ramificado de 3 a 5 átomos de carbono y R^5 representa un grupo alquilo ramificado de 6 a 9 átomos de carbono, o

peroxi cetal representado por la siguiente fórmula III:

[Fórmula 3]

$$\begin{array}{c|c}
 O-O-R^6 \\
 R^7-C-R^8 \\
 O-O-R^6
\end{array}$$
(III)

en la que cada uno de R⁶ representa un grupo alquilo ramificado de 3 a 8 átomos de carbono, y cada uno de R⁷ y R⁸ representa independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado de 1 a 8 átomos de carbono, en la que R7 y R8 pueden unirse entre sí para formar un anillo de 5 a 9 átomos de carbono

- o el peróxido orgánico B es una combinación de peroxi éster representado por la Fórmula (II) y peroxi cetal representado por la Fórmula (III).
- (2) Una relación en peso (peróxido orgánico B/peróxido orgánico A) del peróxido orgánico B con respecto al peróxido orgánico A está en el rango de 3/97 a 7/93.
- 10 (3) En la fórmula I, R¹ representa un grupo metilo, R² representa un grupo etileno, y R³ representa un grupo tert-butilo.
 - (4) En la fórmula II, R⁴ representa un grupo tert-butilo, y R⁵ representa un grupo 2-etilhexilo.

5

25

30

- (5) En la fórmula III, R⁶ representa un grupo tert-hexilo (grupo 1,1-dimetilbutilo), y R⁷ y R⁸ se unen entre sí para formar 3,3,5-trimetilciclohexilo.
- 15 (6) El peróxido orgánico está totalmente contenido en la cantidad de 0,1 a 5,0 partes en peso, con preferencia de 0,2 a 3,0 partes en peso sobre la base de 100 partes en peso del copolímero de etileno-acetato de vinilo.

Además, la temperatura de reticulación de la película de sellado de la invención está en el rango de 135 a 180°C, especialmente de 140 a 180°C. El periodo de tiempo de reticulación está generalmente en el rango de 5 a 30 minutos, especialmente de 5 a 15 minutos.

- 20 (5) Un agente auxiliar de reticulación (compuesto que tiene grupo radical polimerizable) está contenido en la cantidad de 0,1 a 5,0 partes en peso sobre la base de 100 partes en peso del copolímero de etileno-acetato de vinilo.
 - (6) La película de sellado para una célula solar contiene, además, absorbedor de ultravioleta de dihidroxidimetoxibenzofenona. Se mejora el efecto de control del amarilleo en el caso de utilización del peróxido orgánico.
 - (7) La película de sellado para una célula solar contiene, además, un agente de unión de silano. Se puede obtener mejora de la propiedad de adhesión y de la resistencia al calor.
 - (8) Una unidad recurrente de acetato de vinilo del copolímero de etileno-acetato de vinilo está contenida en la cantidad de 10 a 36% en peso sobre la base del peso del copolímero de etileno-acetato de vinilo. Se proporciona transparencia excelente.
 - (9) Una película de sellado para una célula solar tiene un índice de amarilleo (Δ YI) no mayor de 1,5, siendo medido el índice de amarilleo de acuerdo con JIS K 7501 después de dejar reposar la película de sellado durante 1000 horas en el medio ambiente (temperatura de 85°C y humedad relativa de 85%) de acuerdo con JIS C 8917. Se obtuvo resistencia mejorada al calor-humedad.
- 35 (10) Una película de sellado para una célula solar tiene un índice de amarilleo (ΔΥΙ) no mayor de 2,0, siendo medido el índice de amarilleo de acuerdo con JIS K 7501 después de dejar reposar la película de sellado durante 1000 horas en el medio ambiente incluyendo exposición a radiación ultravioleta (temperatura de 63°C y humedad relativa de 53% y exposición a radiación ultravioleta de 1.000W/m²) de acuerdo con JIS C 8917. Se obtuvo resistencia meiorada a la luz.
- Además, la invención se proporciona por una célula solar que comprende un material de protección transparente del lado delantero (miembro que cubre el lado delantero), un material de protección del lado trasero miembro que cubre el lado trasero) y elementos fotovoltaicos sellado entre ellos por una película de sellado, en la que la película de sellado para una célula solar, como se ha definido anteriormente, está interpuesta entre el material de protección transparente del lado delantero y el material que cubre el lado trasero que deben reticularse y combinarse entre sí.

La célula solar mencionada anteriormente se obtiene ventajosamente por proceso para la preparación de una célula solar que comprende interponer dos películas de sellado entre un material de protección transparente del lado delantero y un material de protección del lado trasero, interponer elementos fotovoltaicos entre las dos películas de sellado y unirlas bajo presión para sellar los elementos fotovoltaicos, en el que se utiliza la película de sellado para una células solar, como se ha definido anteriormente, y después de interponer los elementos fotovoltaicos, se unen bajo presión y calentamiento a temperatura de 135 a 180°C (con preferencia de 155 a 180°C) durante 5 a 15 minutos para que se reticulen y se combinen entre sí.

Con más detalle, el uso de la película de sellado de la invención permite sellar elementos fotovoltaicos a temperaturas relativamente mejoradas durante periodo de tiempo reducido. La película de sellado y la célula solar resultantes tienen apariencia, resistencia a la luz y resistencia al calor y a la humedad excelentes.

La película de sellado obtenida por el proceso de la invención tiene un índice de amarilleo (ΔYI) no mayor de 1,5, siendo medido el índice de amarilleo de acuerdo con JIS K 7501 después de dejar reposar la película durante 1.000 horas en el medio ambiente (temperatura de 85°C y humedad relativa de 85%) de acuerdo con JIS C 8917. Por lo tanto, la película de sellado tiene excelente resistencia al calor y a la humedad.

La película de sellado obtenida por el proceso de la invención tiene un índice de amarilleo (ΔΥΙ) no mayor de 2,0, siendo medido el índice de amarilleo de acuerdo con JIS K 7501 después de dejar reposar la película durante 1.000 horas en el medio ambiente que incluye exposición a radiación ultravioleta de (temperatura de 63°C y humedad relativa de 53% y exposición a radiación ultravioleta de 1.000W/m²) de acuerdo con JIS C 8917. Por lo tanto, la película de sellado muestra excelente resistencia a la luz.

20 Efecto de la invención

5

10

25

30

35

50

La película de sellado para una célula solar de la invención consta principalmente de copolímero de etileno-acetato de vinilo y contiene como un peróxido orgánico (reticulante) un peróxido orgánico A que tiene una temperatura de vida media de 10 horas de 10 horas de 110 a 130°C y un peróxido orgánico B que tiene una temperatura de vida media de 10 horas de 80 a 100°C. De esta manera, se puede reducir el periodo de tiempo de reticulación de EVA, y apenas ocurren burbujas en la película reticulada en la etapa reticulada y después de ella. Además, se puede reducir el amarilleo debido a decoloración después de uso de larga duración. Por lo tanto, la película de sellado para una célula solar de la invención tiene excelente productividad, buena apariencia, y resistencia mejorada a la luz, resistencia al calor y resistencia al calor y a la humedad.

Particularmente, la combinación de peróxido de dialquilo (un peróxido orgánico A) como componente principal con una pequeña cantidad de peroxi éster o peroxi cetal (un peróxido orgánico B) proporciona un reducción grande del periodo de tiempo de reticulación y, además, en la película resultante, apenas ocurren burbujas en la etapa reticulada y después de ella, y se reduce en gran medida el amarilleo debido a decoloración después de uso de larga duración. Por lo tanto, la película de sellado para una célula solar de la invención tiene muy excelente productividad, buena apariencia, y resistencia extremadamente mejorada a la luz, resistencia al calor y resistencia al calor y a la humedad.

De acuerdo con ello, la célula solar provista con la película de sellado de la invención tiene excelente productividad, buena apariencia, y resistencia mejorada a la luz, resistencia al calor y a la humedad.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una vista en sección que muestra una célula solar convencional.

- 40 Descripción de los números de referencia
 - 1: placa de vidrio
 - 2: miembro que cubre el lado trasero
 - 3A, 3B: película de EVA
 - 4: elemento fotovoltaico de silicio
- 45 22: capa adhesiva transparente

Descripción detallada de la invención

Una película de sellado para una célula solar de la invención consta principalmente de copolímero de etileno-acetato de vinilo (EVA), y contiene los dos tipos principales de peróxidos orgánicos (reticulantes), es decir, un peróxido orgánico A que tiene una temperatura de vida media de 10 horas de 110 a 130°C y un peróxido orgánico B que tiene una temperatura de vida media de 10 horas de 80 a 100°C. Por lo tanto, la película de sellado tiene excelente productividad, buena apariencia, y resistencia mejorada a la luz y resistencia al calor y a la humedad.

Ejemplos del peróxido orgánico A incluyen α,α '-bis(t-butilperoxi)diisopropilbenceno, dicumil peróxido, 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi)hexano, t-butilcumil peróxido, di-t-butil peróxido, p-mentano hidroperóxido y 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi)hexano-3.

Ejemplos del peróxido orgánico B incluyen 1,1-bis(t-butilperoxi)-2-metilciclohexano, 1,1- -bis(t-hexilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, 1,1-bis(t-hexilperoxi)-2,3,5-trimetilciclohexano, 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, 2,2-bis(4,4 dibutilperoxiciclohexil)propano, 1,1-bis(t-butilperoxi)ciclododecano, t-hexilperoxiisopropil monocarbonato, ácido t-butilperoxi maleico (t-butilperoxi maleato), t-butilperoxi-3,3,5-trimetilciclohexanoato, t-butilperoxi laurato, 2,5-dimetil-2,5-di(m-toluoilperoxi)hexano, t-butilperoxi-2-etilhexil monocarbonato, t-hexilperoxi benzoato y 2,5-dimetil-2,5-di(benzoilperoxi)hexano.

El peróxido orgánico A es con preferencia un peróxido de dialquilo representado por la siguiente fórmula I

[Fórmula 4]

en la que cada uno de R¹ representa independientemente un grupo alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, R² representa un grupo etileno, un grupo etinileno o un grupo fenileno, y cada uno de R³ representa independientemente un grupo alquilo ramificado de 3 a 5 átomos de carbono o un grupo fenilo, y

En el peróxido de dialquilo de la fórmula 1, cada uno de R¹ representa independientemente con preferencia un grupo alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, tal como metilo, etilo o i-propilo; R² representa con preferencia un grupo etileno, y cada uno de R³ representa independientemente con preferencia un grupo alquilo ramificado de 3 a 4 átomos de carbono, tales como i-propilo, t-butilo, i-butilo, sec-butilo, pentilo o 1-metilbutilo, o un grupo fenilo. Todos R¹ son iguales, especialmente metilo; R² representa un grupo etileno; y R3 son iguales entre sí, con preferencia t-butilo, i-butilo, sec-butilo, especialmente t-butilo.

Se prefiere que R¹ represente metilo, R² represente un grupo etileno; y R³ represente t-butilo.

El peróxido orgánico A se puede utilizar individualmente, o en combinación de dos o más tipos.

25 El peróxido orgánico B es con preferencia peroxi éster representado por la fórmula II:

5

10

20

30

[Fórmula 5]

$$\begin{array}{ccc}
O \\
\parallel \\
R^{4}-O-O-C-O-R^{5}
\end{array}$$
 (II)

en la que R^4 representa un grupo alquilo ramificado de 3 a 5 átomos de carbono y R^5 representa un grupo alquilo ramificado de 6 a 9 átomos de carbono, o peroxi cetal representado por la siguiente fórmula III:

[Fórmula 6]

$$O-O-R^{6}$$
 $R^{7}-C-R^{8}$
 $O-O-R^{6}$
(III)

en la que cada uno de R^6 representa un grupo alquilo ramificado de 3 a 8 átomos de carbono, y cada uno de R^7 y R^8 representa independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado de 1 a 8 átomos de carbono, en la que R^7 y R^8 pueden unirse entre sí para formar un anillo de 5 a 9 átomos de carbono. Estos compuestos se pueden utilizar

individualmente, o en combinación de dos o más tipos (por ejemplo, dos o más tipos de II, dos o más tipos de III, combinación de II y III).

En el peroxi éster de la fórmula II, R⁴ representa con preferencia un grupo alquilo ramificado de 3 a 5 átomos de carbono, tales como i-propilo, t-butilo, i-butilo, sec-butilo, isopentilo, t-pentilo o neopentilo, especialmente t-butilo; y R⁵ representa con preferencia un grupo alquilo ramificado de 6 a 9 átomos de carbono, tales como 1-etilbutilo, 1-metilheptilo, 1-metilhexilo, 1-etilhexilo, 1-etilheptilo, 2-etilheptilo, 2-metilheptilo, 2-metilhexilo, 2-etilhexilo, 2-etilheptilo, especialmente 2-etilhexilo.

Se prefiere que en la fórmula II, R⁴ represente t-butilo, R⁵ representa etilhexilo, especialmente 2-etilhexilo.

5

35

En el perioxi cetal de la fórmula III, R⁶ representa con preferencia un grupo alquilo ramificado de 3 a 8 átomos de carbono, tales como i-propilo, t-butilo, i-butilo, sec-butilo, isopentilo, t-pentilo, neopentilo, t-hexilo, 1-metilhexilo, 1-etilhexilo, 1-etilhexilo, 2-etilhetilo, 2-metilhexilo, 2-metilhexilo, 2-etilhexilo, 2-etilheptilo, especialmente t-hexilo, y R⁷ y R⁸ representan con preferencia un grupo alquilo lineal o ramificado de 1 a 8 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, t-butilo, i-butilo, sec-butilo, isopentilo, t-pentilo, neopentilo, 1-etilhetilo, 1-metilhetilo, 1-metilhetilo, 2-metilhetilo, 2-metilhetilo, 2-metilhetilo, 2-etilhetilo, 2-etilhetilo.

Se prefiere que R⁷ y R⁸ se unan entre sí para formar un anillo de 5 a 9 átomos de carbono, con preferencia ciclohexilo que tiene de 1 a 3 metilo, más preferentemente trimetilciclohexilo, especialmente 3,3,5-trimetilciclohexilo.

En la fórmula III, se prefiere particularmente que R⁶ represente t-hexilo y R⁷ y R⁸ se unan entre sí para formar trimetilciclohexilo, especialmente 3.3,5-trimetilciclohexilo.

El peróxido orgánico A de la fórmula I, como se tipifica por peróxido de dialquilo, tiene temperatura de vida media alta, como se ha mencionado anteriormente y está libre de ocurrencia de burbujas y, además, muestra relativamente buena resistencia al amarilleo. No obstante, el peróxido orgánico A necesita un periodo de tiempo relativamente largo para reticulación de EVA. El peróxido orgánico B de la fórmula II, como se tipifica por peroxi éster, o de la fórmula III, como se tipifica por peroxi cetal, tiene temperatura de vida media baja, como se ha mencionado anteriormente, para reducir el periodo de tiempo de reticulación, pero es apto para generar burbujas.

Sin embargo, se ha revelado que la combinación de peróxidos orgánicos A y B no provoca ninguna ocurrencia de burbujas y mejora la resistencia al amarilleo, incluso durante un periodo de tiempo reducido de reticulación de EVA. Además, existe tendencia a que se obtengan fácilmente los rendimientos reticulando EVA a alta temperatura durante un periodo de tiempo corto.

En particular, la combinación del peróxido de dialquilo de la fórmula I como componente principal con una pequeña cantidad del peroxi éster de la fórmula II o del peroxi cetal de la fórmula III no provoca ninguna ocurrencia de burbujas y mayor mejora de la resistencia al amarilleo, incluso durante un periodo de tiempo muy reducido de reticulación de EVA. Además, existe a que se obtengan fácilmente los rendimientos reticulando EVA a alta temperatura durante un periodo de tiempo corto.

La temperatura de reticulación está con preferencia en el rango de 135 a 180°C, más preferido de 140 a 180°C, especialmente de 155 a 180°C. El periodo de tiempo de reticulación (total del tiempo de desgasificación descrito más adelante y periodos de tiempo de prensado) está con preferencia en el rango de 5 a 30 minutos, especialmente de 5 a 15 minutos.

Una relación en peso (peróxido orgánico B/peróxido orgánico A) del peróxido orgánico B con relación al peróxido orgánico A está en el rango de 3/97 a 9/91, con preferencia de 3/97 a 7/93.

40 Por lo tanto, la película de sellado para célula solar muestra una tasa de reticulación mejorada, reducción de la ocurrencia de burbujas durante y después de la etapa de reticulación y gran reducción de ocurrencia de amarilleo debido a decoloración y, por consiguiente, la película tiene excelente productividad, buena apariencia y resistencia mejorada a la luz, resistencia al calor y a la humedad y resistencia al calor.

La película de sellado para célula solar de la invención se puede preparar fácilmente, por ejemplo, formando una película utilizando una composición de resina de EVA que tiene el requerimiento anterior de acuerdo con un procedimiento convencional.

La película de sellado resultante para célula solar tiene generalmente espesor de 50 μm a 2 mm.

A continuación se explica la composición de resina de EVA de la invención.

Un copolímero de etileno-acetato de vinilo (EVA) se utiliza típicamente como resina orgánica de la composición de resina de EVA de la invención. Si es necesario, se pueden utilizar secundariamente resina de polivinil acetal (por ejemplo, polivinil formal, polivinil butiral (PVB), PVB modificado) y/o cloruro de polivinilo. Se prefiere el uso secundario de PVB.

En la resina de EVA, el contenido de la unidad recurrente de acetato de vinilo está generalmente en el rango de 10 a 40% en peso, con preferencia de 10 a 36% en peso, más preferido de 10 a 33% en peso, especialmente de 20 a 30% en peso. Cuando el contenido mayor de 40% en peso, la resina es apta para reducir en la viscosidad y fluir hacia fuera entre una placa de vidrio y un miembro que cubre el lado trasero y, además, se incrementa en pegajosidad hasta llegar a ser difícil de manipular. Por otra parte, cuando el contenido es inferior a 10% en peso, la resina se reduce en procesabilidad y proporciona una película demasiado dura, que proporciona reducción de la formación de espuma y tiende a provocar daño en los elementos fotovoltaicos en la preparación de una célula solar.

5

15

25

30

40

45

La resina de EVA utilizada en la invención tiene con preferencia un Caudal de Flujo Fundido de 0,7 a 40 g/10min., especialmente de 1,5 a 10 g/10min.

La composición de resina de EVA utilizada en la invención contiene peróxidos orgánicos (reticulantes) que proporcionan una estructura de reticulación para mejorar la resistencia a la intemperie. La composición de resina de EVA contiene los peróxidos orgánicos específicos, pero puede contener secundariamente otros peróxidos orgánicos.

Como los peróxidos orgánicos específicos, se utilizan principalmente un peróxido orgánico A que tiene una temperatura de vida media de 10 horas de 110 a 130°C y un peróxido orgánico B que tiene una temperatura de vida media de 10 horas de 80 a 100°C.

El contenido total de los peróxidos orgánicos está generalmente en una cantidad de 5 o menos partes en peso, con preferencia de 0,1 a 5 partes en peso, especialmente de 0,2 a 3 partes en peso, sobre la base de 100 partes en peso de EVA.

Un agente de unión de silano se puede añadir a la resina de EVA como un promotor de la adhesión para mejorar la resistencia adhesiva entre los elementos fotovoltaicos y la película de sellado para célula solar.

Ejemplos del agente de unión de silano incluyen γ -cloropropiltrimetoxisilano, viniltriclorosilano, viniltrietoxisilano, viniltris(β-metoxietoxi)silano, γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano, β -(3,4-epoxicicloexil)etiltrimetoxisilano, γ -glicidoxipropil-trimetoxisilano, viniltriacetoxisilano, γ -mercatopropiltrimetoxisilano, γ -aminopropiltrimetoxisilano, N-β-(aminoetil)- γ -aminopropiltrimetoxisilano. El contenido del agente de unión de silano está con preferencia en una cantidad no mayor de 5 partes en peso, especialmente de 0,1 a 2 partes en peso, sobre la base de 100 partes en peso de EVA.

La composición de resina de EVA de la invención contiene con preferencia un agente auxiliar de reticulación (compuesto que tiene grupo radical polimerizable como grupo funcional) para mejorar la fracción de gel y la durabilidad de EVA. Ejemplos de agentes auxiliares de reticulación incluyen agentes auxiliares de reticulación trifuncionales, tales como cianurato de trialilo e iso-cianurato de trialilo, agentes auxiliares de reticulación mono o difuncionales, tales como ésteres (met)acrílicos (por ejemplo, ésteres NK). El agente auxiliar de reticulación se utiliza generalmente en una cantidad de 10 o menos partes en peso, con preferencia de 0,1 a 5 partes en peso sobre la base de 100 partes en peso de EVA. En la invención, aunque se pueden usar ésteres (met)acrílicos di-funcionales, se utilizan con preferencia, compuestos tri-funcionales.

Para mejorar la estabilidad de la resina de EVA, la composición de resina de EVA puede contener hidroquinona, monometil éter de hidroquinona, p-benzoquinona, y metil hidroquinona. El aditivo está contenido con preferencia en la cantidad de 5 o menos partes en paso sobre la base de 100 partes en peso de EVA.

Si es necesario, además de los aditivos mencionados anteriormente, la composición de resinas EVA puede contener agente colorante, absorbedor ultravioleta, anti-oxidante, y/o agentes ante-decoloración. Ejemplos del agente colorante incluyen pigmentos inorgánicos, tales como óxido metálico y polvo metálico, y pigmentos orgánicos tales como pigmentos azo, pigmentos de ftalocianina, pigmentos azi, pigmentos de tintes ácidos y pigmentos de laca de tintes básicos. Ejemplos del absorbedor ultravioleta incluyen compuestos de monohidroxialcoxi-benzofenona, tales como 2-hidroxi-4-octoxibenzofenona y 2-hidroxi-4-metoxi-5-sulfobenzofenona, compuestos de dihidroxi-alcoxi-benzofenona, tales como 2,2-dihidroxi-4,4-dimetoxi-benzofenona, compuestos de benzotriazol, tales como 2-(2'-hidroxi-5-metilfenil)-benzotriazol, y compuestos de fenol impedidos, tales como fenilsalicilato y p-t-butilfenilsalicilato. Ejemplos de foto estabilizadores incluyen aminas impedidas tales como bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil) sebacato. Ejemplos de antioxidantes incluyen compuestos de amina, compuestos de fenol, compuestos de bisfenilo.

En la invención, se emplean con preferencia absorbedores de radiación ultravioleta de dihidroxi-dimetoxi-benzofenona, especialmente 2.2-dihidroxi-4.4-dimetoxi-benzofenona para prevenir el amarilleo.

Cada uno de los absorbedores de radiación ultravioleta y similares se utiliza en una cantidad de 0,1 a 3 partes en peso sobre la base de 100 partes en peso de EVA.

La composición de resina de EVA de la invención, se puede extender, por ejemplo, aplicando presión bajo calentamiento (por ejemplo, utilizando moldeo por extrusión) para formar la película de sellado para célula solar de la invención. El calentamiento se realiza a 50 a 90°C.

La batería solar se prepara utilizando la película de sellado (película de EVA), como se muestra en la figura 1. Con más detalle, un sustrato de vidrio 1, una película de EVA 3A, elementos fotovoltaicos de silicio 4, una película de EVA 3B y un miembro 2 que cubre el lado trasero se lamina para formar un armazón laminado. En la laminación, la película de sellado de la invención se utiliza como la película de EVA 3B del lado trasero y la película de EVA 3A del lado delantero. El cuerpo laminado se puede introducir el un laminador de vacío y se puede unir a presión bajo calentamiento en las condiciones de temperatura de 135 a 180°C con preferencia de 140 a 180°C, especialmente de 155 a 180°C), periodo de tiempo de desgasificación de 0,1 a 5 min., presión de prensado de 0,1 a 1,5 kg/cm² y periodo de tiempo de prensado de 5 a 15 min., de manera que las películas de EVA 3A, 3B son reticuladas para proporcionar una película de sellado o una célula solar que tiene resistencia a la luz, resistencia al calor y resistencia a la intemperie excelentes.

La placa de vidrio 1 de la invención es generalmente vidrio de silicato. Un espesor de la placa de vidrio está generalmente en el rango de 0,1 a 10 mm, especialmente de 0,3 a 5 mm. La placa de vidrio es atemperada en resistencia al calor o resistencia química.

El miembro 2 que cubre el lado trasero de la invención es generalmente una película de plástico por ejemplo, PET), pero con preferencia es una película de polietileno fluorado o película de polifluoroetileno desde el punto de vista de la resistencia a calor.

La invención se ilustra en detalle utilizando los siguientes Ejemplos:

Ejemplo

5

10

[Ejemplo 1]

[Composición de resina de EVA: Formulación 1 (parte(s) en peso)]					
Resina EVA (contenido de acetato de vinilo: 26% en peso,					
Caudal de flujo fundido: 4g/10min.):	100				
Reticulante 1 (peróxido orgánico A)					
(2,5-dimetil-2,5-bis(t-butilperoxi) hexano):	1,3				
Reticulante 2 (peróxido orgánico B)					
(t-butilperoxi-2-etilhexil monocarbonato):	0,1				
Auxiliar de reticulación (trialil isocianurato):	1,5				
Absorbedor de UV 1					
(2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxibenzofenona):	0,03				
Aditivo 1: agente de unión de silano					
(γ-metacriloxipropil trimetoxi silano):	0,3				

20 La composición de resina de EVA, que tiene la formulación 1 fue procesada por proceso de calandrado a 80°C para preparar una lámina de EVA. El espesor era 600μm.

La película de EVA resultante fue utilizada como la película de EVA 3A del lado delantero y la película de EVA 3B del lado trasero. Como se muestra en la figura 1, los elementos fotovoltaicos de silicio 4 fueron sellados entre un sustrato de vidrio 1 de 3 mm de espesor y un miembro 2 que cubre el lado trasero (espesor de 38µm) fabricado de polietileno fluorado utilizando las películas de EVA 3A, 3B, obteniendo de esta manera una célula solar. El sellado se realizó por unión a presión bajo calentamiento del laminado que incluye las películas de EVA 3A, 3B utilizando un laminador de vacío en vacío y en las condiciones de temperatura de 155 a 180°C, periodo de tiempo de desgasificación de 3 min. y periodo de tiempo de prensado de 10 min., siendo reticuladas de esta manera las películas de EVA 3A, 3B.

30 [Ejemplo 2]

25

[Composición de resina de EVA: Formulación 2 (parte(s) en peso)]
Resina EVA (contenido de acetato de vinilo: 26% en peso,	
Caudal de flujo fundido: 4g/10min.):	100
Reticulante 1 (peróxido orgánico A)	
(2,5-dimetil-2,5-bis(t-butilperoxi) hexano):	1,3

Reticulante 2 (peróxido orgánico B)

(t-butilperoxi-2-etilhexil monocarbonato):0,05Auxiliar de reticulación (trialil isocianurato):1,5

Absorbedor de UV 1

(2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxibenzofenona): 0,03

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 1, excepto el muso de la composición de resina EVA que tiene la formulación 2 para preparar una célula solar.

[Ejemplo 3]

[Composición de resina de EVA: Formulación 3 (parte(s) en peso)]

Resina EVA (contenido de acetato de vinilo: 26% en peso,

Caudal de flujo fundido: 4g/10min.): 100

Reticulante 1 (peróxido orgánico A)

(2,5-dimetil-2,5-bis(t-butilperoxi) hexano): 1,5

Reticulante 2 (peróxido orgánico B)

(t-butilperoxi-2-etilhexil monocarbonato): 0,1

Auxiliar de reticulación (trialil isocianurato): 1,5

Absorbedor de UV 1

(2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxibenzofenona): 0,03

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 1, excepto el muso de la composición de resina EVA que tiene la formulación 3 para preparar una célula solar.

[Ejemplo 4]

Composición de resina de EVA: Formulación 4 (parte(s) en peso)]

Resina EVA (contenido de acetato de vinilo: 26% en peso,

Caudal de flujo fundido: 4g/100min.):

Reticulante 1 (peróxido orgánico A)

(2,5-dimetil-2,5-bis(t-butilperoxi) hexano): 1,5

Reticulante 2 (peróxido orgánico B)

(t-butilperoxi-2-etilhexil monocarbonato): 0,14

Auxiliar de reticulación (trialil isocianurato):

Absorbedor de UV 1

(2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxibenzofenona): 0,03

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 1, excepto el uso de la composición de resina EVA que tiene la formulación 4 anterior para preparar una célula solar.

1,5

[Ejemplo Comparativo 1]

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 1, excepto el uso de la composición de resina EVA que tiene la formulación 1 anterior, en la que la cantidad del reticulante 1 se cambió a 1,26 partes en peso, la cantidad del reticulante 2 se cambió a 0,14 partes en peso y la cantidad del auxiliar de reticulación se cambió a 0,5 partes en peso para preparar una célula solar.

[Ejemplo Comparativo 2]

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 1, excepto el uso de la composición de resina EVA que tiene la formulación 1 anterior, en la que la cantidad del reticulante 1 se cambió a 0,7 partes en peso, la cantidad del

reticulante 2 se cambió a 0,7 partes en peso y la cantidad del auxiliar de reticulación se cambió a 0,5 partes en peso para preparar una célula solar.

[Ejemplo Comparativo 3]

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 1, excepto el uso de la composición de resina EVA que tiene la formulación 1 anterior, en la que la cantidad del reticulante 1 se cambió a 1,0 partes en peso, la cantidad del reticulante 2 se cambió a 0,35 partes en peso para preparar una célula solar.

<Evaluación sobre la película de sellado para célula solar >

(1) Fracción de gel (%)

15

20

30

Se sumergió una poción (aproximadamente 1 g) de la película de sellado de la célula solar resultante en 100 ml de xileno y se calentó a 120°C durante 24 horas, y entonces se filtró para recogen una posición no disuelta. La porción no disuelta se secó y se pesó, siendo determinada de esta manera la fracción de gel

(2) Resistencia al calor y a la humedad (ensayo de durabilidad a 130°C).

Se dejó reposar la célula solar resultante durante 1.000 horas en el medio ambiente (temperatura de 85°C y humedad relativa de 85%) de acuerdo con JIS C 8917. Después de midió la diferencia (valor ΔΥΙ) entre los índices de amarilleo (valores YI) de la célula solar antes y después de dejarla reposar de acuerdo con K 7501 utilizando Color Computer SM-5 (disponible de Suga Test Instruments Co., Ltd.).

(3) Resistencia a la luz (resistencia a la intemperie) (ensayo acelerado de durabilidad)

Se dejó reposar la célula solar resultante durante 1.000 horas en el medio ambiente, incluyendo exposición a radiación ultravioleta (temperatura de 63°C, humedad relativa de 53% y exposición a radiación ultravioleta de 1.000W/m²) de acuerdo con JIS C 8917. Después para examinar el amarilleo después de la exposición a radiación ultravioleta, se midió la diferencia (valor ΔYI) entre índices de amarilleo (valores YI) de la célula solar antes y después de dejarla reposar de cuerdo con K 7501 utilizando Color Computer SM-5 (disponible Suga Test Instruments Co., Ltd.).

(4) Resistencia al calor

Se dejó reposar la célula solar resultante durante 1.000 horas en el medio ambiente (temperatura de 85°C). Después de midió la diferencia (valor ΔΥΙ) entre los índices de amarilleo (valores YI) de la célula solar antes y después de dejarla reposar utilizando Color Computer SM-5 (disponible de Suga Test Instruments Co., Ltd.).

(5) Formación de espuma (burbujas)

Se dejó reposar la célula solar resultante durante 800 horas en el medio ambiente (temperatura de 85°C y humedad relativa de 85%). Después se observó visualmente la apariencia (formación de espuma, burbujas) para evaluar lo siguiente:

O: no se observó formación de espuma o burbujas

x : no se observó formación de espuma o burbujas

Los resultados obtenidos se muestran a continuación:

	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. Co.1	Ej.Co. 2	Ej. Co 3
Formulación							_
EVA (VA; 26%)	100	100	100	100	100	100	100
Reticulante 1	1,3	1,3	1,5	1,5	1,26	0,7	1,0
Reticulante 2	0,1	0,05	0,1	0,14	0,14	0,7	0,35
Auxiliar de reticulación	1,5	1,5	1,5	1,5	0,5	0,5	1,5
Absorbedor UV 1	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
Evaluación							
Fracción de gel (%)	90	90	90	90	90	90	90
Resistencia al calor (ΔYI)	-1,3	-1,4	-0,4	-0,3	2,0	7,0	-0,5
Resistencia al calor - humedad (ΔYI)	-0,9	-0,2	-0,2	-0,1	2,0	3,2	1,1

	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. Co.1	Ej.Co. 2	Ej. Co 3
Resistencia UV (ΔYI)	0,6	0,6	1,2	0,9	0,8	0,3	1,0
Burbujas	0	0	0	0	Х	х	Х

Como se deduce a partir de los resultados de la Tabla 1, la película de sellado de la invención (Ejemplos 1-4) que contienen peróxido de dialquilo como componente principal y una pequeña cantidad de alquil peroxi éster, no mostraron la ocurrencia de burbujas en la etapa reticulada y, después de eso, resistencia al calor, resistencia al calor y a la humedad y resistencia a la luz (durabilidad) extremadamente mejoradas, incluso reticulando la película de EVA a temperatura mejorada durante un periodo de tiempo reducido.

Por el contrario, la película de sellado (Ejemplos Comparativos 1-3), que contienen 10% o más en peso de alquil peroxi éster mostraron ocurrencia de burbujas y amarilleo.

Aplicabilidad industrial

5

La película de sellado para célula solar de la invención tiene productividad excelente y buena apariencia y, además, posee resistencia a la luz, resistencia al calor y a la humedad y resistencia al calor. Por lo tanto, el uso de la película de sellado proporciona una célula solar que tiene productividad excelente, buena apariencia y resistencia mejorada a la luz y resistencia al calor y a la humedad.

REIVINDICACIONES

- 1. Una película de sellado para una célula solar que comprende copolímero de etileno-acetato de vinilo y un peróxido orgánico,
- en la que el peróxido orgánico comprende un peróxido orgánico A que tiene una temperatura de vida media de 10 horas de 110 a 130°C y un peróxido orgánico B que tiene una temperatura de vida media de 10 horas de 80 a 100°C.

caracterizada por que

30

una relación en peso (peróxido orgánico B/peróxido orgánico A) del peróxido orgánico B con respecto al peróxido orgánico A está en el rango de 3/97 a 9/91.

10 2. Una película se sellado para una célula solar como se define en la reivindicación 1, en la que el peróxido orgánico A es un peróxido de dialquilo representado por la siguiente fórmula I:

[Fórmula 1]

en la que cada uno de R¹ representa independientemente un grupo alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, R² representa un grupo etileno, un grupo etinileno o un grupo fenileno, y cada uno de R³ representa independientemente un grupo alquilo ramificado de 3 a 5 átomos de carbono o un grupo fenilo, y

el peróxido orgánico B es peroxi éster representado por la siguiente fórmula II:

[Fórmula 2]

$$\begin{array}{ccc}
O \\
\parallel \\
R^4-O-O-C-O-R^5
\end{array}$$
 (II)

en la que R⁴ representa un grupo alquilo ramificado de 3 a 5 átomos de carbono y R⁵ representa un grupo alquilo ramificado de 6 a 9 átomos de carbono, o peroxi cetal representado por la siguiente fórmula III:

[Fórmula 3]

$$\begin{array}{c|c}
 & O-O-R^6 \\
 & | \\
 & R^7-C-R^8 \\
 & O-O-R^6
\end{array}$$
(III)

en la que cada uno de R⁶ representa un grupo alquilo ramificado de 3 a 8 átomos de carbono, y cada uno de R⁷ y R⁸ representa independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado de 1 a 8 átomos de carbono, en la que R⁷ y R⁸ pueden unirse entre sí para formar un anillo de 5 a 9 átomos de carbono o

el peróxido orgánico B es una combinación de peroxi éster representado por la Fórmula (II) y peroxi cetal representado por la Fórmula (III).

- 3.- Una película de sellado para una célula solar como se define en la reivindicación 1 ó 2, en la que una relación en peso (peróxido orgánico B/peróxido orgánico A) del peróxido orgánico B con respecto al peróxido orgánico A está en el rango de 3/97 a 7/93).
 - 4.- Una película de sellado para una célula solar como se define en la reivindicación 2 ó 3, en la que en la fórmula I, R¹ representa un grupo metilo, R² representa un grupo etileno y R³ representa una grupo tert-butilo.

- 5.- Una película de sellado para una célula solar como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, en la que, en la fórmula II, R^4 representa un grupo tert-butilo, y R^5 representa un grupo 2-etilhexilo.
- 6.- Una película de sellado para una célula solar como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, en la que, en la fórmula III, R^6 representa un grupo tert-hexilo, y R^7 y R^8 se unen entre sí para formar 3,3,5-trimetilciclohexilo.

5

- 7.- Una película de sellado para una célula solar como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que el peróxido orgánico está contenido en la cantidad de 0,1 a 5,0 partes en peso sobre la base 100 partes en peso del copolímero de etileno-acetato de vinilo.
- 8.- Una película de sellado para una célula solar como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la que está contenido un agente auxiliar en la cantidad de 0,1 a 5,0 partes en peso sobre la base de 100 partes en peso del copolímero de etileno-acetato de vinilo.
 - 9.- Una película de sellado para una célula solar como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que contiene, además, un absorbedor de ultravioleta de dihidroxidimetoxibenzofenona.
- 10.- Una película de sellado para una célula solar como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9,
 15 que contiene, además, un agente de unión de silano.
 - 11.- Una película de sellado para una célula solar como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en la que una unidad recurrente de acetato de vinilo del copolímero de etileno-acetato de vinilo está contenida en la cantidad de 10 a 36% en peso sobre la base del peso del copolímero de etileno-acetato de vinilo.
- 12.- Una célula solar que comprende un material de protección transparente del lado delantero, un material de protección del lado trasero y elementos fotovoltaicos sellados entre ellos por una película de sellado, en la que la película de sellado para una célula solar, como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, está interpuesta entre el material de protección transparente del lado delantero y el material de protección del lado trasero que deben reticularse y combinarse entre sí.
- 13.- Un proceso para la preparación de una célula solar que comprende interponer dos películas de sellado entre un material de protección transparente del lado delantero y un material de protección del lado trasero, interponer elementos fotovoltaicos entre las dos películas de sellado y unirlas bajo presión para sellar los elementos fotovoltaicos, en el que se utiliza la película de sellado para una células solar, como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, y después de interponer los elementos fotovoltaicos, se unen bajo presión y calentamiento a temperatura de 135 a 180°C durante 5 a 15 minutos para que se reticulen y se combinen entre sí.
- 30 14.- Un proceso para la preparación de una célula solar como se define en la reivindicación 13, en el que la temperatura está en el rango de 155 a 180°C.

FIG. 1

