

367605



SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I.P.C.	
CLASE	B-29 B-64
SUBCLASE	D E

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una
PATENTE DE INVENCION

Solicitante: TRIPLEX SAFETY GLASS COMPANY LIMITED

Residencia: 1 Albemarle Street, LONDON, W. 1, Inglaterra

Enunciado: "UN PROCESO PARA INCREMENTAR LA ADHESION EN LA SUPERFICIE INTERMEDIA ENTRE UN MATERIAL PLASTICO SIMETRICO Y UNA PELICULA O UN COMPLEJO DE PELICULAS".

Prioridad: de la solicitud de patente británica nº 25070/68 del 24 de mayo de 1.968



El presente invento se refiere a un proceso para incrementar la adhesión entre materiales plásticos sintéticos y unas películas finas transparentes electro-conductoras depositadas sobre superficies vítreas y a las estructuras mejoradas producidas por dicho proceso.

Son bien conocidas las estructuras laminadas transparentes que comprenden un número de capas alternadas de plásticos sintéticos transparentes y de vidrio. Para ciertas aplicaciones, por ejemplo para los parabrisas de aviones, también es conocido el empleo de una fina película metálica transparente electro-conductora, tal como una película de oro, como un medio de calentamiento entre el vidrio y las capas de plástico a fin de desplazar el hielo y el agua de la superficie exterior de la estructura. Durante el recorrido de vuelo de un avión el parabrisas está sometido continuamente a una disposición cambiante de esfuerzos debido a los cambios de temperatura y de presión, y ésto puede producir una flexión casi continua de los componentes del vidrio, lo que impone esfuerzos a todas las superficies intermedias en que están ligados entre sí materiales diferentes. El eventual fallo del componente laminado se producirá en la superficie intermedia que sea más débil.

Se ha comprobado que la adhesión entre un material plástico sintético transparente y las finas películas transparentes electro-conductoras depositadas sobre una superficie de vidrio, es débil. Si una tal ligazón intersuperficial es incorporada a un componente laminado transparente, entonces la duración de servicio del conjunto completo está limitada por la duración del tiempo durante el que dicha ligazón permanece intacta.

Un objeto del presente invento es incrementar sustancialmente la adhesión en la superficie intermedia entre un ma-



terial plástico sintético y finos complejos de películas o película transparente y electro-conductoras depositadas sobre superficies vítreas.

5 En consecuencia, el presente invento es un proceso para incrementar la adhesión en la superficie intermedia entre un material plástico sintético y una película o complejo de películas fina transparente y electro-conductora depositada sobre una superficie de material vítreo en una estructura laminada, cuyo proceso comprende, antes de la laminación, el tratamiento de la película fina o complejo de películas transparente y electro-conductora depositada sobre la superficie del material vítreo con una solución de un electrolito de sal de potasio y después el lavado y secado de la superficie.

15 Dentro de su alcance, el presente invento incluye también las estructuras laminadas que comprenden capas alternadas de material plástico sintético y de material vítreo y en que una superficie del material vítreo adyacente al material plástico tiene una fina película o complejo de películas transparente y electro-conductora depositada sobre la misma en que la película o complejo de películas depositada y soportada por la superficie vítreo es tratada previamente con el anterior proceso.

20 Los electrolitos adecuados de sal de potasio son soluciones acuosas de permanganato de potasio, cromato de potasio o dicromato de potasio. Se prefiere el uso del permanganato de potasio. Las concentraciones de las soluciones acuosas pueden variar desde soluciones completamente saturadas a soluciones muy diluidas, por ejemplo de 0,000.001 molar. Con el permanganato de potasio se han obtenido los mejores resultados con una solución de 0,025 molar.

30 El material plástico sintético puede ser cualquier-



ra de los materiales corrientemente empleados en la producción de estructuras laminadas con materiales vítreos. Ejemplos concretos de tales materiales plásticos son la resina butiral de polivinilo o elastómeros de organosilicio. Tales elastómeros de organosilicio son usados frecuentemente como el material aglutinante en conjuntos compuestos, por ejemplo en aquellos que están proyectados para formar los parabrisas de aviones de alta velocidad, en que se tropieza con las máximas temperaturas.

Similarmente, los materiales vítreos pueden ser de cualquier tipo de vidrio corrientemente utilizado en la producción de tales estructuras laminadas, por ejemplo una chapa de vidrio. A fin de resistir el efecto del calentamiento durante su fabricación y subsiguiente uso, es preferible que la chapa de vidrio sea fortalecida mediante endurecimiento térmico o químico.

Cuando la aplicación de las estructuras laminadas es para parabrisas, etc., tanto los materiales plásticos como los materiales vítreos serán desde luego transparentes.

La película fina transparente y electro-conductora puede ser una película de metal, tal como una película de oro. Esta película puede ser recubierta por una ulterior película de una sustancia tal como óxido de bismuto, denominándose aquí a la película compuesta resultante como un "complejo de películas".

El invento puede ser llevado a efecto de la siguiente forma. Una chapa de vidrio que se pretende tratar es limpiada y una fina película de oro es depositada sobre el área requerida de una superficie mediante desintegración y deposición catódica o mediante evaporación térmica. Esta película puede ser de aproximadamente 0,000.000.2 de pulgada de espesor (0,000058 mm) y puede ser depositada sobre una subcapa de óxido de bismuto de aproximadamente 0,000.006 de pulgada de espesor (0,000015 mm)



que mejora considerablemente la adhesión del oro al vidrio. Otra capa fina de óxido de bismuto de aproximadamente 0,000.005 de pulgada de espesor (0,0000127 mm) puede ser añadida como un recubrimiento protector para la película de oro.

5 La chapa de vidrio con el "complejo de películas " trenasparentes y electroconductoras depositada en una superficie está completamente sumergida en una solución acuosa de por ejemplo permanganato de potasio y dejada sumergida durante 5 minutos. Tras la terminación del periodo de la inmersión la chapa de vidrio es
10 retirada y lavada completamente con agua limpia para eliminar todos los vestigios de la solución de permanganato de potasio. Después la chapa de vidrio es secada y queda preparada para la laminación a una capa de resina de butiral de polivinilo y las chapas de
15 vidrio ulteriores de vidrio y capas de resina de butiral de polivinilo para formar un conjunto compuesto, mediante el conocido proceso de someter el conjunto a temperaturas y presiones elevadas.

 En un experimento para comparar la mejora en la adhesión, se formaron dos compuestos similares, siendo la única diferencia que el componente de vidrio con el complejo de películas
20 finas sobre su superficie fué tratado en un caso con una solución de permanganato según se describió anteriormente. Los dos conjuntos compuestos fueron montados después lado a lado en un equipo de ensayo ambiental, de forma que los dos equipos pudieran quedar sometidos a un ciclo idéntico de cambio continuo de temperaturas y de
25 presiones. Después de un considerable periodo de exposición de ambos conjuntos a tal tratamiento, los conjuntos fueron retirados y examinados.

 Se comprobó que la deslaminación había comenzado desde los bordes de la aglutinación entre la resina de butiral de
30 polivinilo y el complejo de películas finas, pero en el caso de la



aglutinación que había recibido el pretratamiento especial ésta no se extendió más allá del borde marginal inmediato de la aglutinación. Sin embargo, ésta deslaminación hubiera sido insuficiente para hacer inservible al conjunto compuesto si se hubiese incorporado como el parabrisas del avión. Por otra parte, el conjunto que no recibió el tratamiento previo especial exhibió una reducción considerable en la aglutinación y la deslaminación se extendió en un área considerable. En éste último caso, la deslaminación hubiera sido suficiente para hacer completamente inservible al compuesto si el mismo se hubiese incorporado al parabrisas de un avión.

El invento se describe con más detalle con referencia a los ejemplos siguientes:

Ejemplos

A causa del prolongado tiempo requerido para la ultimación de los ensayos de vida de servicio total en los conjuntos compuestos (de hasta varios millares de horas), se utilizó un simple ensayo de la película para determinar el mejoramiento en la adhesión entre la resina de butiral de polivinilo y el complejo de películas finas transparentes electro-conductoras depositado sobre una chapa de vidrio. Los ensayos de la película fueron realizados en un tensiómetro Houndsfield utilizando una chapa de 8" x 1.1/2" x 1/4" (20,3 cm x 3,8 cm x 0,63 cm) de un vidrio maclado de placa de asiento para la superficie seleccionada de la que fueron laminadas cuatro capas de resina de butiral de polivinilo de 0,020" de espesor (0,508 mm), conteniendose entre los pares de capas de resina de butiral de polivinilo una tira de refuerzo de aluminio de 0,018" de espesor (0,457 mm). La carga dinámica requerida sobre las capas de resina de butiral de polivinilo y la tira de aluminio, cuando se arrancó en ángulo recto con la superficie



de la chapa de vidrio para separar completamente la combinación de la chapa de vidrio, se midió y se denominó carga de exfoliación.

5 Se preparó un lote de 24 muestras de vidrio de 8" x 1.1/2" x 1/4" (20,3 cm x 3,8 cm x 0,63 cm) y un complejo de finas películas transparentes y electro-conductoras fué depositado simultaneamente sobre una superficie de cada muestra mediante desintegración catódica y deposición en una cámara al vacío. Se disolvió un suficiente electrolito de sal de potasio en agua desionizada para proporcionar dos litros de una solución de 10 0,025 molar, y los tres electrolitos escogidos se relacionan en el cuadro que se incluye despues. Seis muestras de vidrio fueron situadas en cada uno de los tres vasos de boca ancha de dos litros y cada uno de los vasos de boca ancha contenía un electrolito 15 diferente. Se dejó sin tratar un juego de seis muestras de vidrio. Cada solución fué agitada intermitentemente durante la duración del tratamiento, siendo introducida y sacada cada muestra de vidrio por lo menos una vez para asegurar una completa humectación y un ataque uniforme. La temperatura de las soluciones y 20 el tiempo de duración del tratamiento fueron de 17°C y de 20 minutos respectivamente para cada caso. Despues del tratamiento, cada vidrio fué retirado de la solución, se lavó completamente en agua corriente y se secó con un chorro de aire comprimido y filtrado.

25 Cada muestra de vidrio fué laminada en una pieza similar de vidrio no pelliculado mediante cuatro capas de 0,020" de espesor (0,508 mm) de resina de butiral de polivinilo incorporando una tira de 0,018" de espesor (0,457 mm) de aluminio. A fin de que el vidrio no pelliculado pudiese ser retirado antes 30 de ser ensayado, su superficie que habría de estar en contacto



con la capa de resina de butiral de polivinilo fué recubierta con un agente desprendedor. Todas las piezas de resina de butiral de polivinilo utilizadas fueron cortadas del mismo rollo para eliminar cualquier variación en éste material. El contenido de humedad de la resina de butiral de polivinilo fué determinado antes de la laminación mediante un método de absorción de rayos infrarrojos, y ésto fué controlado dentro de la gama del 0,4 al 0,5% para reducir al mínimo el efecto de ésta variable. Finalmente, la totalidad de las 24 muestras de vidrio, incluyendo tanto las tratadas como las no tratadas, fueron tratadas conjuntamente en autoclave.

Todas las muestras fueron sometidas al ensayo de exfoliación, y las cargas de exfoliación obtenidas se registran en el siguiente Cuadro. Las mismas pueden ser comparadas con una carga de exfoliación de 150 libras obtenida para un vidrio maclado endurecido no pelculado de placa de asiento.

<u>CUADRO</u>		
<u>Ejemplo nº</u>	<u>Electrolito</u>	<u>Libras Carga exfoliación</u>
1	No tratado	30
2	Crómato de Potasio	50
3	Dicromato de Potasio	55
4	Permanganato de Potasio	100

Los anteriores ejemplos demuestran claramente que la adhesión en la superficie intermedia entre la resina de butiral de polivinilo y el complejo de finas películas transparentes y electro-conductoras es incrementada mediante un tratamiento de acuerdo con el invento.

En resúmen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:



- REIVINDICACIONES -

1. Un proceso para incrementar la adhesión en la superficie intermedia entre un material plástico sintético y una película o un complejo de películas finas transparentes y electro-
5 conductoras depositadas sobre una superficie de un material vítreo en una estructura laminada, comprendiendo dicho proceso, antes de la laminación, el tratamiento de la película o complejo de películas finas transparentes y electro-conductoras depositadas sobre la superficie del material vítreo con una solución
10 de un electrolito de sal de potasio, y después el lavado y secado de la superficie.

2. Un proceso según la Reivindicación 1, en que el electrolito de sal de potasio es una solución acuosa de cromato de potasio, de dicromato de potasio o de permanganato de potasio.

15 3. Un proceso según la Reivindicación 2, en que el electrolito de sal de potasio es una solución acuosa de 0,025 molar de permanganato de potasio.

4. Una estructura laminada que comprende capas alternadas de un material plástico sintético y de un material vítreo
20 y en que una superficie del material vítreo adyacente al material plástico tiene una fina película o un complejo de finas películas transparentes y electro-conductoras depositadas sobre la misma y en que la película depositada o complejo de películas soportadas por la superficie vítrea es tratada previamente de acuerdo con el
25 proceso de cualquiera de las anteriores Reivindicaciones.

5. Una estructura laminada según la Reivindicación 4, en que el material plástico sintético es resina de butiral de polivinilo o un elastómero de organosilicio.

30 6. Una estructura laminada según las Reivindicaciones 4 o 5, en que el material vítreo es una chapa de vidrio.



7. Una estructura laminada según la Reivindicación 6, en que la chapa de vidrio está fortalecida mediante endurecimiento térmico o químico.

5 8. Una estructura laminada según las Reivindicaciones 4 a 7, en que la película fina transparente y electro-conductora es oro.

10 9. Una estructura laminada según las Reivindicaciones 4 a 7, en que el complejo de películas finas transparentes y electro-conductoras comprende una película de oro recubierta por una película de óxido de bismuto.

15 10. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCESO PARA INCREMENTAR LA ADHESION EN LA SUPERFICIE INTERMEDIA ENTRE UN MATERIAL PLASTICO SINTETICO Y UNA PELICULA O UN COMPLEJO DE PELICULAS".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria, que consta de diez páginas mecanografiadas.

Madrid, 23 de mayo de 1.969

BERNARDO UNGRIA

P.P.

20

25

30