

發明人 2

姓名：(中文) 法克斯 安卓 柯瑞

(英文) FRANCOIS ANDRE KORAN

住居所地址：(中文) 美國麻州羅米卓市貝曼斯路 10 號

(英文) 10 PLYMOUTH ROAD, LONGMEADOW,

MASSACHUSETTS 01106, U.S.A.

國籍：(中文) 加拿大

(英文) CANADA

發明人 3

姓名：(中文) 珍 哈伯 林南 柯曼

(英文) JAN HERBERT LILIANE CROMMEN

住居所地址：(中文) 墨西哥國普爾州安第克市法拉丘那米多艾克李多區卡利迪巴  
羅路 13 號

(英文) CALLE DE BARTOLOME #13, FRACCIONAMIENTO EL  
CRISTO, ATLIXCO, PUE 74200, MEXICO

國籍：(中文) 比利時

(英文) BELGIUM

(1)

## 玖、發明說明

(發明說明應敘明：發明所屬之技術領域、先前技術、內容、實施方式及圖式簡單說明)

### 技術領域

安全玻璃通常係指由聚乙烯醇縮丁醛薄片(下稱“PVB薄片”)夾在二片玻璃中間所構成之透明積層片。安全玻璃常用於提供建築及汽車開口透明障壁。它的主要作用在於吸收如由物件轟擊所引起的能量，不讓其穿透開口，因此封閉區域內之物件或人員受到的損壞及傷害最小。安全玻璃也可用以提供其他有益效果，如減低噪音、降低UV及/或IR光透過率、及/或增加窗口的美觀。

### 先前技術

安全玻璃通常係由一種方法形成，在該方法中係將二層玻璃及一塑膠中間層如PVB組合成預壓件，膠合(tack)成預積層片及最後加工成為光透明積層片。組合階段包含將一片玻璃放平，在上面鋪一PVB薄片，再放第二片玻璃，然後將多出之PVB修剪至與玻璃層邊部齊。膠合步驟(tacking step)常常很複雜且包含將大部份空氣自界面逐出及將PVB與玻璃部份黏合。最後加工步驟通常係在高溫及高壓下進行，其將使玻璃與PVB完成結合。

溫度、壓力及時間係積層方法中可善加利用的三個基本製程變數。在最後積層時，溫度通常係提升至約140°C以使中間層軟化，幫助使其順合於玻璃基材之表面及使中間層流入基材間距不均勻之區域。中間層一旦順合，中間層之流動聚合物鏈即會與玻璃產生黏附力。高溫也會使殘

留空氣及/或水氣袋 (moisture pockets) 加速自玻璃/PVB界面擴散到聚合中間層。

在玻璃積層片製造中，壓力似乎扮演二個重要的角色。首先，壓力會促進PVB流動。其次，它會抑制氣泡的形成，這種氣泡的形成會因困在系統中之水及空氣之合併蒸氣壓所引起。後者的角色，在玻璃積層時，毫無疑問的是最重要的約束力。困在預壓件(亦即，未黏合玻璃與塑膠之疊層組套件)中之水及空氣，當預壓組套件在大氣壓下加熱至最後加工溫度大於約 $100^{\circ}\text{C}$  (水在1大氣壓下之沸點為 $100^{\circ}\text{C}$ )時，即會膨脹成為氣泡。為抑制氣泡之形成，通常係將伴隨巨大壓力之熱量施加於壓熱容器 (autoclave vessel) 中之組套件，以對抗困在預壓件內之空氣及水加熱時所產生的膨脹力量。

時間最後在積層中扮演最重要的角色。雖然溫度及壓力會加速層合，但總必須經過一定的重要時間，始能製造良好品質的積層玻璃。

很不幸地，既使這三種可控制製程變數經過仔細最適化也不足以製造良好品質之積層玻璃。若在早先膠合步驟時有太多空氣困在積層片中，則並無合理的時間、溫度及壓力量可製造良好積層片。安全玻璃積層人士很明白困住界面氣體與隨後高溫氣泡形成之間的微妙關係，而常常提升膠合過程以使界面氣體減至最少。幾乎所有目前製造積層玻璃之方法都包括膠合/脫氣步驟，其包含使預壓件擠壓通過軋輥構件 (nip roll means)，或用袋或環將預壓件包封，

並抽真空將氣體抽出。先前技藝充滿了用來使困住空氣減至最少的各種脫氣技術，以作為最後高溫加工步驟時改進積層片抗氣泡形成力之方法。儘管如此，幾乎全部的這些先前積層方法都需要壓力超過約10大氣壓及溫度超過約130°C之加壓壓熱鍋最後處理，始能製造可接受品質之積層玻璃。

不在高壓下操作的一種最著名的專利先前技藝方法，係利用改良之脫氣程序(在真空過程中使用浮凸PVB薄片)，以便免除標準壓熱鍋處理之需要。此一方法已說明於美國專利第5,536,347號(以引用方式併於此)，其教示一種真空脫氣、非壓熱鍋方法，其法在製造預積層片時係利用水份範圍在0.4至0.6重量%之PVB薄片。此一真空基、非壓熱鍋方法製成之預積層片已脫氣得相當好，故彼等可用大氣壓高溫最後加工步驟加工處理，而避免界面氣泡形成。

整個玻璃積層過程中所用的目標中間層薄片水含量似乎都相當固定地保持在約0.30至約0.60重量%之範圍內。雖然如上所述，先前技藝已確認及探討過困住空氣與氣泡形成間的關係，但PVB中間層材料之水含量與隨後積層片中氣泡形成間的關係卻尚未有效地利用。

#### 發明內容

現已出人意外地發現，根據本發明，藉由較佳包括利用具有降低水含量之PVB中間層製備預壓組合併之新穎方法，即可實現不需要壓熱鍋最後處理之積層方法。本發明包含一種製造積層玻璃之方法，其法係將水份含量低於

0.35重量%之塑膠材料放在至少一堅硬基材之反面以形成組合作，將該至少一堅硬基材或塑膠材料或其任何組合預熱至膠合溫度，利用短暫加壓將塑膠材料與至少一堅硬基材膠合以形成預積層組合作，及在可有效使塑膠材料與基材黏合之溫度及時間下將預積層組合作最後加熱以形成積層片。本發明尚包含一種製造積層玻璃之方法，其法係將水份含量低於0.35重量%之塑膠材料夾在二堅硬基材中間以形成一組合作，將至少該基材之一或塑膠材料或其任何組合預熱至膠合溫度，利用短暫加壓將塑膠材料與該二基材膠合以形成預積層組合作，及在可有效使塑膠材料與基材黏合之溫度及時間下將預積層組合作最後加熱以形成積層片。最後加熱步驟可在大氣壓下進行，因此並不需要傳統上已是玻璃積層成功要件的標準加壓壓熱鍋步驟，即可實現玻璃積層片之製造。根據目前已揭示的概念，已確認中間層及玻璃/中間層界面之合併水及空氣含量有一門檻值，在此值以下不需要超大氣壓即可避免氣泡在最後加工溫度100℃以上時形成。特定言之，已發現，若PVB中間層之水含量(水份)較佳在約0.30重量%以下，更佳約0.01至約0.20重量%時，預積層片(玻璃與塑膠層僅部份黏合在一起的脫氣及邊部密封組合作)即可製成完成(完全黏合及透明)產品，符合所要積層片品質及安全規範，而不必利用真空壓力來使預積層組合作脫氣，也不需要壓熱鍋中做最後壓合。

藉由利用低水含量之PVB作為塑膠中間層材料，即可在

低壓熱鍋壓力下或甚至大氣壓下，使用較先前軋輥脫氣預積層片可能達到之溫度高很多的積層片最後加工溫度。因此，本發明可在大氣壓或低壓熱鍋壓力條件下，在溫度約 $115^{\circ}\text{C}$ 至約 $230^{\circ}\text{C}$ ，較佳約 $125^{\circ}\text{C}$ 至約 $220^{\circ}\text{C}$ 之間，製造積層片。

此外，在最後加工步驟中使用高溫之溫度依賴(temperature dependent)優點，如將空氣溶解於PVB中，使PVB軟化以填滿堅硬基材間PVB所佔據空間而因此使基材間距與基材表面相合，發展黏附力，及使PVB之殘留應力的鬆弛等，都在很短時間內完成。更明確言之，製造符合確立性能規範之成品積層片所需之時間，在本方法而言，可由高達約360分鐘的典型範圍降至不到180分鐘，較佳約15分鐘至約180分鐘，更佳約2分鐘至約60分鐘。本發明積層片之抗高溫性質也使彼等對積層方法之溫度變異較不敏感，從而提高生產速率。

在某些加工處理條件下，可使用某些有限最後加工壓力。雖然如此，此種最後加工將包含在低於標準壓熱鍋壓力下，在可有效使塑膠材料與基材黏合之溫度及時間下加熱。在塑膠材料與基材黏合之最後處理中，較佳使用低於約3大氣壓之壓力；最佳使用大氣壓力。

製造根據本發明之積層片之裝置包含：將一層塑膠材料預熱至膠合溫度之主要加熱器元件；施加短暫壓力於至少一堅硬基材與塑膠材料層之疊層組套件，以使塑膠材料層與堅硬基材膠合，以便形成預積層組套件之膠合加壓構件。

(如軋輥構件)；及將預積層組合併加熱至可有效使塑膠材料與堅硬基材黏合之溫度及時間之最後加熱器元件。

#### 實施方式

根據本發明，積層方法較佳使用低水份含量之塑膠片。若有必要，先將塑膠片控制至低水份(即，水含量)，再與堅硬透明，較佳為玻璃之基材組合以形成預壓組合併。預壓件中較佳PVB薄片之水含量可高達0.35重量%，但較佳應為約0.30重量%以下，更佳自約0.01重量%至約0.20重量%。水含量最佳在PVB薄片之約0.03與約0.18重量%之間。

可用於本發明之PVB薄片市面上可自Solutia公司(St. Louis, Missouri)購得“Saflex®”中間層。雖然並不重要，但片厚度較佳為約0.25至4.0毫米，最佳為約0.32至2.5毫米。

若PVB必須控制以達到所要水含量，則控制PVB薄片以提供低水份之時間及溫度並不重要。利用烘箱蒸發薄片水份時，PVB薄片之較佳控制時間，在烘箱溫度介於約60°C與約70°C之間及在相對濕度(RH)x約5-10%下，為約30至60分鐘。這些條件可使“Saflex®”PVB薄片之水含量輕易降至約0.06至0.13重量%。也可使用微波、紅外線或類似環境於此一用途。或者，可利用標準塑膠烘乾機，如在塑膠粒擠壓前用於將其烘乾之機器。

較佳之PVB中間層通常含有約10至約30重量%羥基，以聚乙烯醇表示；其餘主要為縮丁醛，以聚乙烯醇縮丁醛表示。醋酸酯或其他單體單元可包括於PVB中，例如美國專利第4,968,744及5,130,370號(以引用方式併於此)所揭示。填

料、顏料、色料及其他添加劑可包括在薄片，例如前述美國專利第5,130,370號所揭示。

PVB中之增塑劑含量一般係自約20至60份/100份PVB。適當增塑劑已為本技藝所知，如美國專利第4,292,372、5,013,780及5,137,954號(每一種均以引用方式併於此)所揭示。EP 877665B1揭示一較佳之增塑劑，即二-2-乙基己酸三乙二醇酯，該專利也以引用方式併於此。

為控制完成積層片中PVB中間層與玻璃片之間的黏附力，可在PVB中包括黏附力控制劑。傳統黏附力降低化合物如鎂及鉀基鹽可併入增塑之PVB片中。二-2-乙基丁酸鎂，以約0.1至約2.5克/公斤未增塑PVB之濃度加入，係降低黏附力及改良積層玻璃長期穩定性之較佳藥劑。更佳為添加濃度為約0.1至約1.5克/公斤未增塑PVB之醋酸鉀。

塑膠材料之表面外形，在本發明並非限制因素。市售具有標準表面外形之塑膠中間材料可成功地用於實行本發明。此外，具有規則或不規則粗糙或圖案化表面之塑膠材料也可輕易地使用。此種表面外形可利用各種技術如浮雕、熔體破裂(melt fracture)及類似法實現。美國專利第5,595,818及4,654,179號描述一種具有不規則表面外形(下稱“無規粗糙”(random rough))之PVB，其較佳根據本發明使用。製程堅實性(robustness)可藉利用表面外形具有直線規則通道之PVB進一步加強，如美國專利第5,425,977及6,093,471號(以引用方式併於此)所述。此種PVB片根據本發明為特佳。



一般而言，係將玻璃片與PVB層組合在一起並將玻璃邊部外過量之PVB片修除(形成預壓件)。在組合前後如有需要或在以下所述膠合步驟之後，可進行切成適當尺寸。

預壓件之諸層係在隨後膠合步驟中加熱至足以使諸層膠合之溫度。膠合溫度可隨PVB層(或所用其他塑膠層)之配方而異。對低模量中間層而言，諸層保持在一起之充分膠合可在室溫下達成。對二片玻璃中間含有單一PVB片之大多數積層片而言，充分之膠合可在膠合溫度介於約40°C與約130°C之間，較佳介於約70°C與約100°C之間發生。如圖1所示，玻璃/PVB/玻璃組合作件20，在此階段稱為預壓件，可在預熱器元件10加熱至膠合溫度；該預熱器元件包含一裝配一排紅外線加熱器管11之烘箱圍室，積層片20即藉驅動馬達17驅動之輸送機輥15床輸送通過該圍室。或者，也可使用對流加熱器、微波及其他相當之供應熱形式或組合來預熱積層片。

然後，玻璃與PVB之組合作件即經歷充足之短暫膠合壓力以移除過量中間層-玻璃界面空氣，使諸層相互黏附及使邊部密封以防空氣再進入。所得膠合層之組合在此即稱為預積層片。施加膠合壓力之較佳技術為利用軋輥構件，此種構件已為熟諳安全玻璃積層片製造技藝者所知。如圖1所示，軋輥構件12係由一組具有彈性表面如橡膠之相對軋輥13所組成，該相對軋輥以相反方向轉動以使預壓組合作件20通過此等輥所形成之鉗口。短暫施加壓力中施加於組合作件之壓力較佳歷時少於約15分鐘。利用軋輥短暫施加壓力

(9)

時，施加壓力之時間較佳為自約0.02至約100秒，更佳為自約0.04至50.0秒。這些時間在程度上與習知積層生產線所用膠合步驟相類似，且遠短於典型之60至150分鐘商用壓熱鍋壓力週期。

然而，本發明並不限於使用軋輥構件來產生脫氣及膠合壓力。設若只在積層片上施加一點最小短暫壓力，則施加膠合壓力之構件並不重要。吹氣袋、平板壓合機、連續帶、多個或錯開輥、或類似物也可使用。

如此處所用，施加短暫膠合壓力係描述預壓組合件上之壓力，僅施加一段足以使中間層脫氣及與玻璃膠合之時間，而不必使中間層永久流動，或如使用壓熱鍋所遭遇的一樣強迫空氣完全溶解於中間層中。應施加之最小壓力較佳為至少約5 psi。軋輥係施加短暫膠合壓力之一較佳構件。輥在積層片上之覆蓋區(輥施加壓力之區域)端視軋輥之構造而定，且一般為約10毫米，雖然此一尺寸並不重要。輥施加於積層片之力量較佳自約2至2000磅/每直線吋輥(2-2000 PLI; 36-35720公斤/每直線米)，雖然在此範圍外之壓力也可使用。輥施加壓力之時間係隨積層片通過軋輥之速度而異，但較佳不少於0.02或多於100秒。如熟諳本技藝者所了解，軋輥總成施加之壓力並不足以完成高壓壓熱鍋所達到的結果的組合-亦即，將空氣驅入整體PVB中，消除PVB表面粗糙度，降低殘留應力或促進PVB/玻璃界面完全黏附。

在施加膠合壓力後，即將膠合之積層片加熱(在一烘箱

中或視情況在低於標準壓熱鍋壓力之壓熱鍋中)，其時間及溫度應足以產生黏附力，使PVB中間層順合於基材表面及其空間及使應力鬆弛至可接受程度及使空氣溶解。此一熱過程可和習知壓熱鍋方法所產生者類似，但不受其限制。如圖1所示，膠合之組零件20可在諸如最後加熱器元件14，包括裝配一排紅外線加熱器管11之烘箱圍室16及18中熱處理，組零件20係藉驅動馬達17驅動之輸送機輥15床輸送通過該等圍室。或者，對流加熱器、微波及其他相當之供應熱形式、或其組合也可用來使積層片完成最後加工。

一般而言，所揭示方法之溫度係超過典型壓熱鍋溫度(120°C至150°C)，因此可加速積層過程。在約大氣壓時，預壓組零件可根據本發明加熱至溫度自約115°C至230°C，歷時較佳為約.5至180分鐘，更佳為約2至60分鐘而完成。當水含量在所述水含量範圍下部份(0.01至0.2%)之PVB片積層時，較佳使用在所述溫度範圍上區域之最後加工溫度；當使用少於約0.20%水含量範圍之薄片時，約150°C至220°C之最後加工溫度為特佳。相反地，當水含量在所述水含量範圍上部份(0.20至約0.35)之PVB片積層時，較佳使用在所述溫度範圍下區域(125°C至約150°C)之最後加工溫度。以實例言之，當使用具有0.28%水含量範圍之薄片時，約130°C之最後加工溫度為較佳。在熱處理後，即自烘箱取出完成之積層片並令其冷卻。本發明較佳在大氣壓(非壓熱鍋)下進行。雖然根據本發明不必使用標準壓熱鍋壓力，但可使用較佳少於約3大氣壓之有限壓力，來加強積

層片之最後加工而不會形成氣泡。

利用多加熱週期進行最後加工步驟也在本發明之範圍內。例如，雙週期之特徵將為最初熱浸透(heat soak)，溫度接近室溫之冷卻，溫度可等於或不等於最初熱浸透溫度之第二熱浸透及至室溫之最後冷卻。此種最後加工步驟常有助於加速或可使水含量在所述範圍上區域之PVB在所述溫度範圍之上區域之溫度下積層。每一加熱週期之最後加工溫度可自115°C至230°C，時間為.5至180分鐘。加熱步驟可緊接著進行，或可分開很長時間，俾中間冷卻及/或停留步驟可自0分鐘至50,000分鐘。中間冷卻步驟溫度可自-20°C至100°C。以實例言之，PVB中間層含有0.18%水之預積層片可藉由將其放在設計成可加熱至180°C 30分鐘、冷卻至30°C 60分鐘、再加熱至180°C 30分鐘及最後在30分鐘內冷卻至室溫之烘箱中完成最後加工。

在不同時間進行膠合及最後加工步驟也在本發明之範圍內。例如，可利用本發明方法之膠合部份批式製造一連串的預積層片，然後令彼等冷卻至室溫。最後加熱加工步驟，如此處所述，可在稍後積層人員便利的時間(例如，數小時後、隔天或任何稍後時間)進行。此種方式之非連續操作極適合批式方法，在此方法中全部的預積層片都事先製造好，分層放在架上及在最後加工步驟中一起加熱，與壓熱鍋最後加工步驟類似，但不用壓熱鍋壓力。

本發明之方法也可在既存工業安全玻璃積層生產線上連續地實行。習用生產線通常係由主要加熱區、主要脫氣

軋輥、二次加熱區及二次軋輥所組成。例如，如圖2具體例所示，為實行本發明，這些生產線可重新安排成主要軋輥構件22、主要加熱器元件10(調整至膠合溫度為約40°C至約130°C，較佳約70°C至約100°C)、軋輥構件12及最後加熱器元件14(調整至最後加工溫度為約115°C至約230°C，較佳約180°C)之組態。利用此一新配置，主要軋輥構件22之軋輥13會在組零件20之PVB與玻璃之間引發非常輕微的黏合而不脫氣或密封邊部。此一黏合可在主要加熱器元件10之主要加熱時確保PVB片之尺穩性，而對二次軋合或膠合步驟之脫氣及邊部密封之功用無不良影響。若玻璃及PVB之溫度太低無法實現此種黏合時，生產線之前也許需要初步加熱器元件26，如短烘箱，來預熱組零件20之諸組件，以在主要軋輥構件22之前修正溫度(如圖3所示組態，其包含初步加熱器元件26烘箱、主要軋輥構件22、主要加熱器元件10烘箱、軋輥構件12及具一組烘箱之最後加熱器元件14)。

本發明不限於在二片玻璃中間層合單層PVB。金屬片或結構塑膠片如聚碳酸酯片也可和PVB一起使用。另類構造，如PVB及聚胺基甲酸酯等層黏合於堅硬基材如玻璃或聚碳酸酯，也可輕易地完成。

例如，在本發明範圍內之積層片依序包含第一玻璃片、一層PVB、一層聚對苯二酸乙二醇酯(PET)、第二層PVB及第二玻璃片。在某些情形，積層片可包含金屬或聚碳酸酯片，而PVB夾在二者中間。可用於此處之其他組合及其他

璃拿走。將仍然黏附之玻璃之量與一組已知敲擊標度之標準目視比較，標準之數量愈高，仍然黏附於PVB層之玻璃即愈多(亦即，在敲擊標度為零時，無玻璃黏附，而在敲擊標度為10時，100%之PVB層表面黏附於玻璃)。敲擊黏附力值無單位。

#### C) 烘烤失敗

將積層片置於100°C烘箱中約16小時，然後取出並目視檢查有無氣泡。除積層片周圍1/4吋邊部區域外，積層片內找到任何單一氣泡即構成失敗。若積層片內未發現此種氣泡，再將積層片放回烘箱中並將溫度升高10°C至110°C。在110°C 1小時後，再檢查積層片看有無氣泡。將不通過此試驗之任何積層片移走。將通過之全部積層片放回烘箱中並將溫度升高10°C。將積層片保持在該溫度下1小時。繼續此一過程直至全部積層片失敗為止。

#### D) 煮沸失敗

將積層片塊浸入沸水中2小時，然後目視檢查有無氣泡形成。通過此一試驗之積層片顯示積層片內無氣泡，除積層片周圍1/2吋之邊部區域外。

### 實例

以下實例係為進一步說明本發明而提供。實例僅係例証性，不應解釋為限制本發明之範圍。全部份數及百分比皆以重量計，除非另有註明。

#### 實例1：

切出5塊較所要最後積層片尺寸稍大之最初0.43%水份

之PVB片並置於控制在70°C而相對濕度變化之環境室中。將薄片控制在25%、25%、22%、14.5%及6%相對濕度下並分別標以情況1、2、3、4及5。也將5對玻璃放在70°C及6%相對濕度之第一室中。1小時15分鐘後，自烘箱中取出PVB及玻璃，組合成5個分開預壓件，予以修剪並使其通過實心橡皮軋輥(0.5 fpm(0.0025 m/s); 30PLI(536 公斤/米))。在軋輥之後，利用積層工業常用之壓力及溫度過程(185 psi (1.28 Mpa) 及143°C 1小時週期)將第一預壓件(情況1)置於壓熱鍋中加熱加壓。將情況2及5預壓件置於預熱至180°C之對流烘箱中(大氣壓下)並熱浸透30分鐘。將情況3預壓件置於預熱至115°C之對流烘箱中(大氣壓下)並熱浸透180分鐘。將情況4預壓件置於預熱至130°C之對流烘箱中(大氣壓下)並熱浸透90分鐘。

在冷卻至室溫後，測試積層片之光學透明度、水份含量、烘烤失敗性能及煮沸失敗性能(表1所示結果)。情況1含有0.36重量%水，其為目前積層安全玻璃之普遍情形。其通過全部目視檢查且在高溫失敗測試時性能相當好。情況2也含有0.36重量%水。其在積層片整個表面都有小氣泡，結果無法通過全部視覺及高溫失敗試驗。根據本發明之具體例製造之情況3積層片含有0.30重量%水，且完全透明看不出缺陷。根據本發明之具體例製造之情況4含有0.20重量%水，且完全透明看不出缺陷。最後，根據本發明之較佳具體例製造之情況5積層片含有0.11重量%水，且完全透明看不出缺陷。情況3、4及5都通過二種高溫失敗試驗。情

況5積層片具有非常高的烘烤失敗溫度230°C。這是根據本發明較佳具體例(且特徵為具水含量自PVB薄片之約0.03至約0.18重量%)製備之積層片之標準，其在170°C至250°C之範圍內，而根據先前技藝製造之積層片則在115°C至160°C內。情況1、3、4及5積層片通過全部光學試驗，無氣泡，無未黏合區域或在強光下無顯著光學扭曲。

表 1

| 情況 | 構造           | 水份%  | 目檢 | 烘烤失敗  | 煮沸  |
|----|--------------|------|----|-------|-----|
| 1  | 高水含量產品(經壓熱鍋) | 0.36 | 通過 | 130°C | 通過  |
| 2  | 未經壓熱鍋        | 0.36 | 失敗 | 失敗    | 失敗  |
| 3  | 未經壓熱鍋        | 0.30 | 通過 | 140°C | --- |
| 4  | 未經壓熱鍋        | 0.20 | 通過 | 160°C | --- |
| 5  | 未經壓熱鍋        | 0.11 | 通過 | 230°C | 通過  |

實例 2：

切出較所要最後積層片尺寸稍大、標為情況1至4之4塊PVB片。情況1(對照)係自Solutia公司所製造之標準商用薄片切出。情況2薄片與對照(情況1)同，但含有0.76克二-2-乙基丁酸鎂及0.29克醋酸鉀/公斤未增塑樹脂。情況3與對照(情況1)同，但含有1.016克二-2-乙基丁酸鎂及0.392克醋酸鉀/公斤未增塑樹脂。情況4與對照(情況1)同，但含有1.27克二-2-乙基丁酸鎂及0.49克醋酸鉀/公斤未增塑樹脂。

製造情況1、2、3、4之積層片所用之玻璃係自畢茨堡塗料及玻璃公司(PITTSBURGH PAINT AND GLASS COMPANY)



(Pittsburgh, Pennsylvania, USA)購得，且已知可製造與其他玻璃工業同等之PVB-玻璃黏附力。

將玻璃及PVB二者置於6% RH環境之70°C烘箱中60分鐘。自烘箱將彼等取出，組合成預壓件，修剪，通過實心橡膠軋輥(0.5 fpm(0.0025 m/s) 30 PLI(536 公斤/米))，及在對流烘箱中在180°C下加熱30分鐘。

利用性能測試一節所述敲擊試驗測試完成積層片之黏附力。結果証明降低根據本發明製備之積層片之黏附力至中等程度有多種方法存在。完成積層片之中間層水份含量經測定為0.08至0.10重量%水。

表 2

| 情況 | 添加劑   | 玻璃來源 | 敲擊黏附力 |
|----|-------|------|-------|
| 1  | 無     | PPG  | 8.0   |
| 2  | 低鹽添加劑 | PPG  | 5.8   |
| 3  | 中鹽添加劑 | PPG  | 3.8   |
| 4  | 高鹽添加劑 | PPG  | 2.8   |

### 實例 3：

切出較所要最後積層片尺寸稍大之1塊PVB，並未用玻璃支撐置於6%RH環境之70°C烘箱中20至30分鐘，或直至薄片之水含量降至0.1重量%以下。也將二片玻璃置於烘箱中並令其穩定至70°C。然後自烘箱將PVB及玻璃取出，鋪放在室溫下，予以修剪並使其通過實心橡膠軋輥(0.5 fpm(0.0025 m/s)；30 PLI(536 公斤/米))。在軋輥之後，將積層片置於已預熱至180°C之對流烘箱中(大氣壓下)，並熱浸透總共10

分鐘。然後將其自烘箱中取出並令其冷卻。預期性能應與以上實例1情況5同等。

實例4：

將PVB捲退繞至加熱至 $50^{\circ}\text{C}$ 、6%RH之室內。薄片在室內之停留時間為25-35分鐘，足夠水含量降至0.10重量%以下。在離開室後，將PVB鋪放在二片玻璃中間並修剪積層片邊部。如圖式之圖1所示，然後將積層片20移至輸送機輥15上，在此用IR加熱器管11加熱至 $70^{\circ}\text{C}$ ，通過輥輥13(30 PLI (536 公斤/米)，以0.5 fpm (0.0025 m/s)轉動)，並移動通過最後加熱器元件14 (其中IR加熱器管11在3分鐘內將積層片20加熱至 $175^{\circ}\text{C}$ ，無高溫保持時間)。在短冷卻區之後，即將積層片20自輸送機輥15之終端(圖1中由左至右前進)取出。預期性能應與以上實例1情況5同等。

實例5：

將PVB捲退繞至加熱至 $50^{\circ}\text{C}$ 、6%RH之室內。薄片在室內之停留時間為25-35分鐘，足夠水含量降至0.10重量%以下。在離開室後，將PVB鋪放在二片彎曲玻璃(如汽車側窗所用)中間並修剪積層片邊部。然後將積層片移至輸送機上，在此用對流熱加熱至 $70^{\circ}\text{C}$ ，通過分段輥輥(多滾動盤，約1吋厚，各在30 PLI (536 公斤/米)下，以0.5 fpm (0.0025 m/s)轉動)，並移動通過連續對流加熱區，將積層片加熱至 $160^{\circ}\text{C}$ 且保持在該溫度下20分鐘。在短冷卻區之後，即將積層片自輸送機取出。預期性能應與以上實例1情況5同等。

實例6：

將薄片水含量為0.1重量%之PVB捲退繞至一片玻璃上。將第二片玻璃放在其上，並修剪組套件以除去過量PVB。如圖5所示，積層片20組套件係移動通過以30 PLI及10 fpm運轉之主要軋輥總成22，以引起玻璃與PVB間輕微膠合，但不足以密封邊部。然後積層片20移動通過IR加熱之主要加熱器元件10，在此積層片組套件很快加熱至70°C。一經加熱之後，積層片20即通過第二軋輥總成12，也以30 PLI(536公斤/米)及10 fpm(0.051 m/s)運轉，使玻璃/PVB界面脫氣、材料膠合在一起並使邊部密封以防空氣再進入。完成之積層片20離開軋輥總成12至輥平台28上，然後分層放在架30上。重複此一程序直至架30放滿膠合但未完成之積層片20。然後將架30推入最後加熱器元件32，在此情形時，為一很大烘箱，其可在冷卻回復至室溫前，將整個總成加熱至180°C並保持該溫度20分鐘。預期性能應與以上實例1情況5同等。

#### 實例7：

將薄片水含量為0.1重量%之PVB捲退繞至一片玻璃上。將第二片玻璃放在其上，並修剪組套件以除去過量PVB。請參閱圖4，玻璃/PVB/玻璃積層片20組套件係移動通過以30 PLI(536公斤/米)及3 fpm(0.015 m/s)運轉之主要軋輥總成22，以引起玻璃與PVB間輕微膠合，但不足以密封邊部。然後積層片20移動通過IR加熱之主要加熱器元件10，在此積層片組套件很快加熱至70°C。一經加熱之後，積層片20即通過第二軋輥總成12，也以30 PLI(536公斤/米)及3

fpm(0.015 m/s)運轉，使玻璃/PVB界面脫氣，材料膠黏在一起並使邊部密封以防空氣再進入。離開軋輥總成12後，積層片20(預積層階段)即由垂直輸送機元件33放直並通過最後加熱器元件34，在此組態時，其包含包括加熱至200℃之對流加熱區之烘箱，繼之為短冷卻區。加熱及冷卻區之總時間分別為30及10分鐘。(連續垂直輸送機係積層工業常用且可自瑞典Tamglass公司購得。)。完成積層片之預期性能應與以上實例1情況5同等。

在不偏離隨附申請專利範圍所界定本發明之精神及範圍下，本發明以上說明之細節可作某些修正。因此，希望以上說明所包含或隨附圖式所顯示之全部事項均應解釋為例証性而非限制性。

#### 圖式簡單說明

現請參閱圖式，其中相同元件編以相同號碼，及其中：

圖1係顯示適合於進行本發明之裝置之一具體例之概略側面圖。所示裝置包含預加熱器元件，接著為軋輥構件，接著為最後加熱器元件。

圖2係顯示適合於進行本發明之裝置之第二具體例之概略側面圖。所示裝置包含初步軋輥構件，接著為預加熱器元件，接著為軋輥構件，接著為最後加熱器元件。

圖3係顯示適合於進行本發明之裝置之第三具體例之概略側面圖。所示裝置包含初步加熱器元件，接著為初步軋輥構件，接著為預加熱器元件，接著為軋輥構件，接著為最後加熱器元件。

圖 4 係顯示適合於進行本發明之裝置之第四具體例之概略側面圖。所示裝置包含為初步軋輥構件，接著為預加熱器元件，接著為軋輥構件，接著為垂直輸送機最後加熱器元件。

圖 5 係顯示適合於進行本發明之裝置之第五具體例之概略側面圖。所示裝置包含為軋輥構件，接著為預加熱器元件，接著為第二軋輥構件，接著為卸載輸送機架，接著為分層放置架，接著為最後加熱器元件。

#### 圖式代表符號說明

|        |         |
|--------|---------|
| 10     | 預熱器元件   |
| 11     | 紅外線加熱器管 |
| 12     | 軋輥構件    |
| 13     | 軋輥      |
| 14     | 最後加熱器元件 |
| 15     | 輸送機輥    |
| 16, 18 | 烘箱圍室    |
| 17     | 驅動馬達    |
| 20     | 膠合組合併   |
| 22     | 主要軋輥構件  |
| 26     | 初步加熱器元件 |
| 28     | 平台      |
| 30     | 架       |
| 32, 34 | 最後加熱器元件 |
| 33     | 垂直輸送機元件 |

#### 肆、中文發明摘要

使用低水含量塑膠中間層材料，如聚乙炔醇縮丁醛中間層薄片，藉利用軋輥 (nip roll) 脫氣及大氣壓下高溫最後加工之方法，製備玻璃積層片。

#### 伍、英文發明摘要

Glass laminates are prepared using low-water content plastic interlayer material, such as polyvinylbutyral interlayer sheets, by a process employing nip roll de-airing, and high temperature finishing at atmospheric pressure.

拾壹、圖式

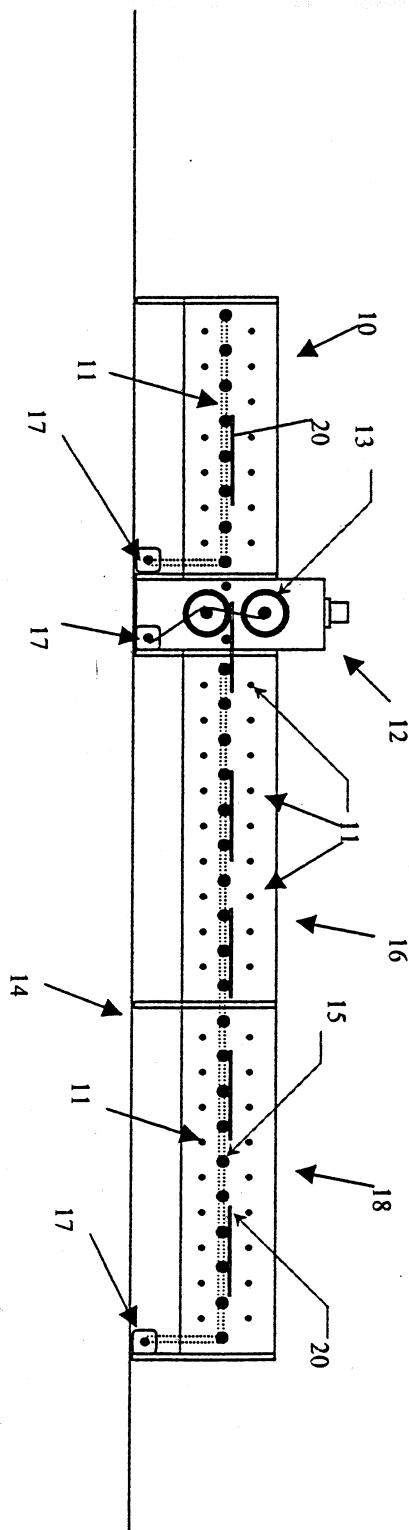


圖 1

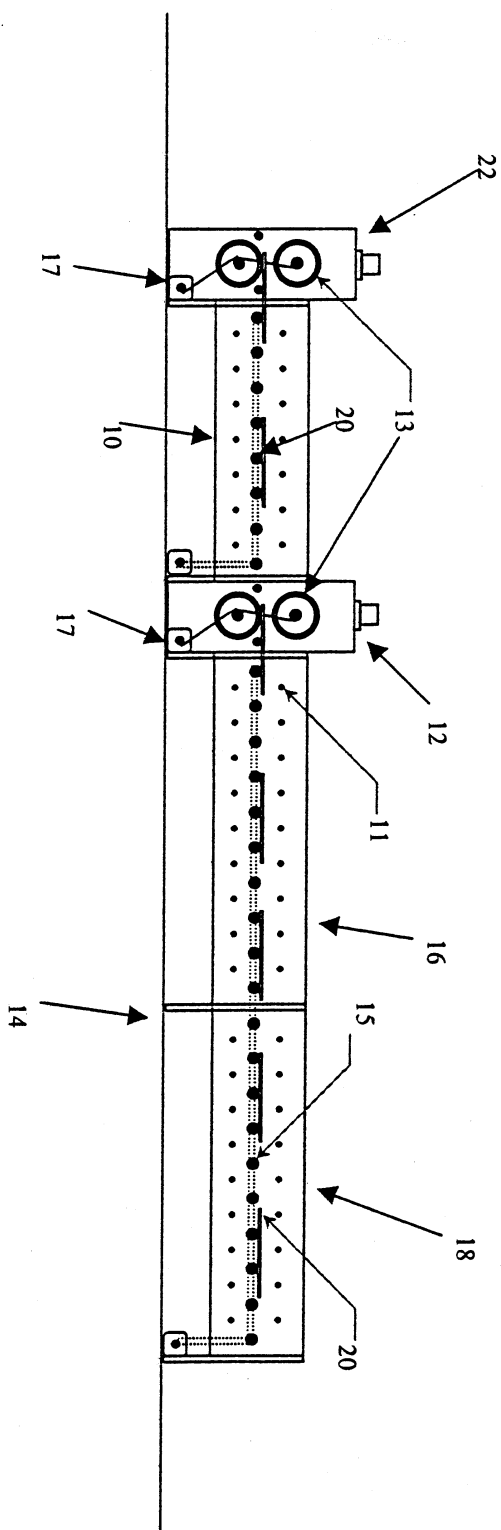


圖 2

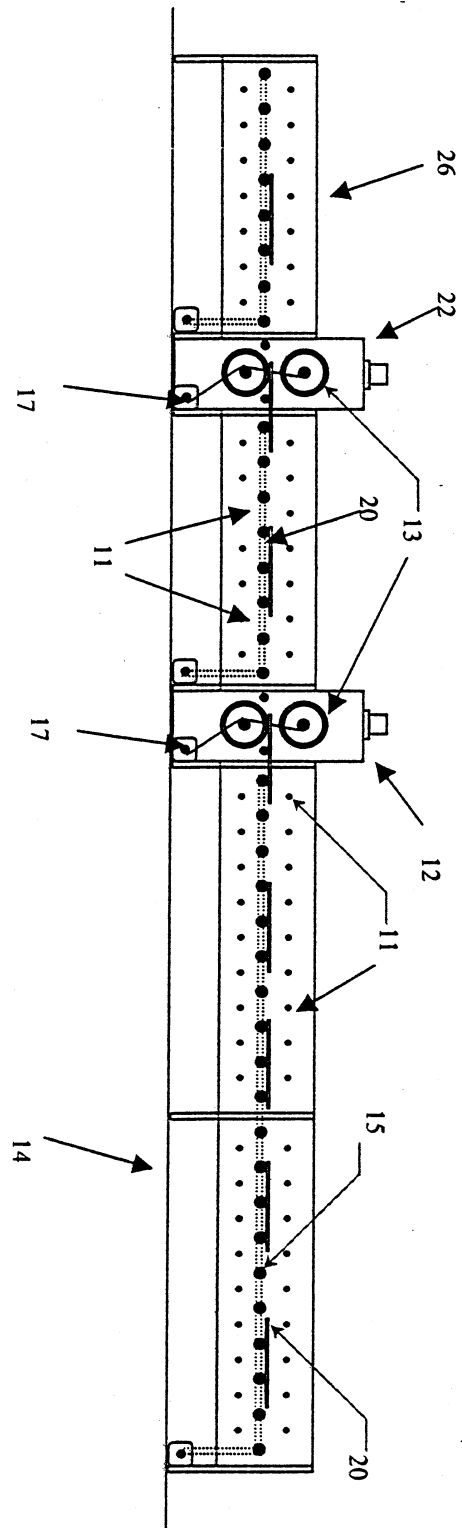


圖 3

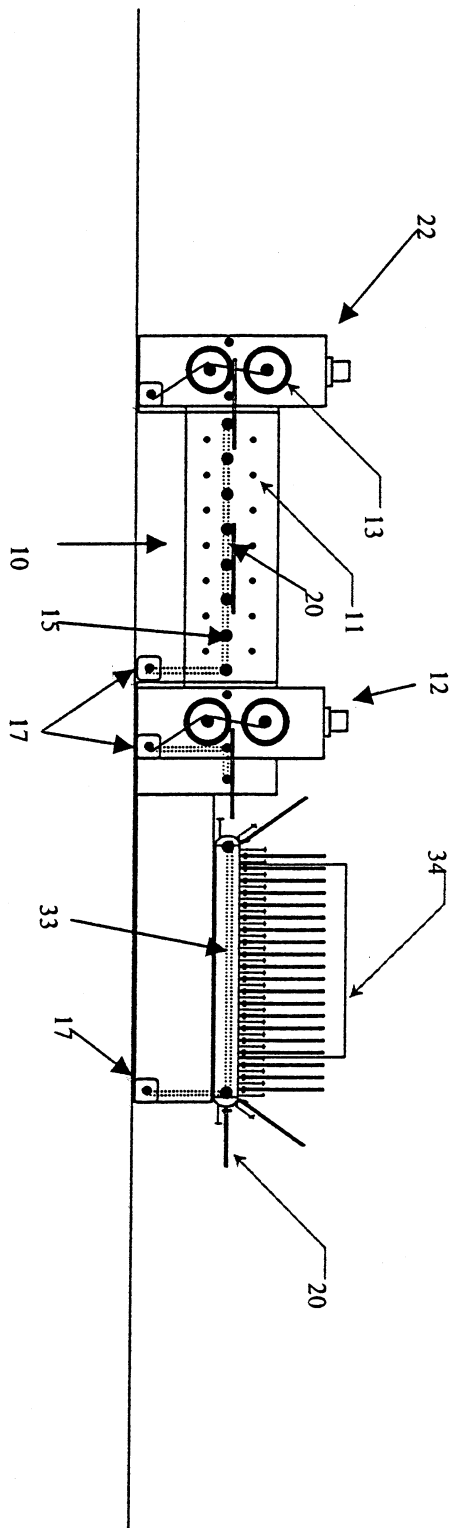


圖 4



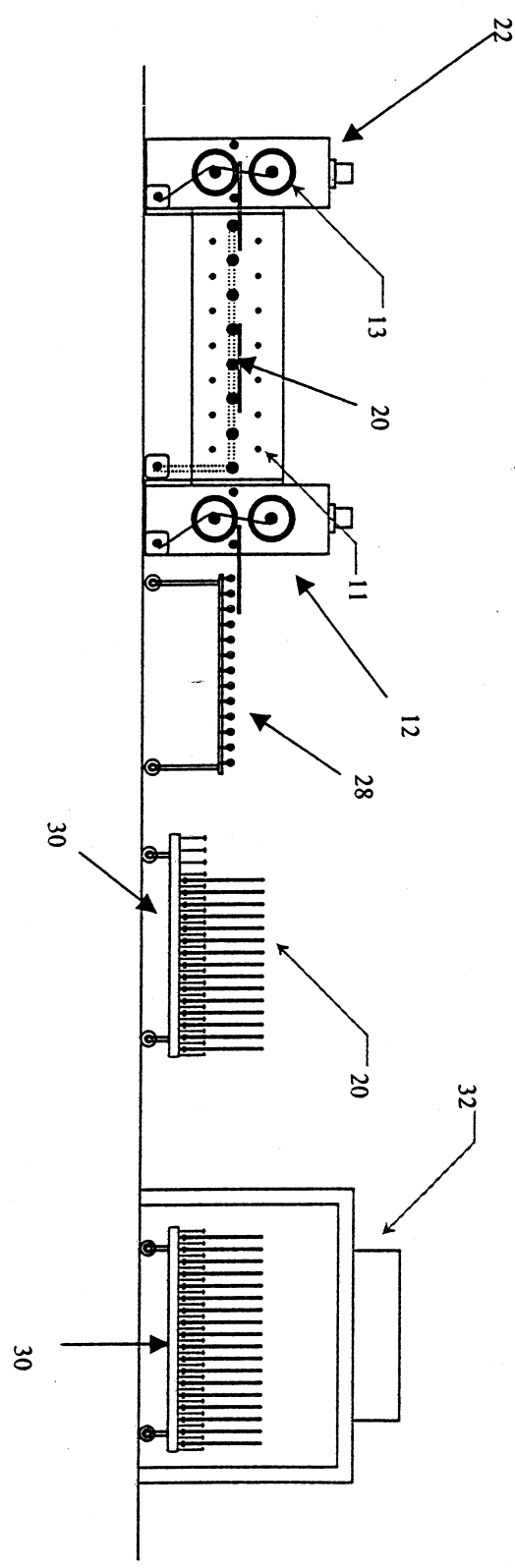


圖 5

陸、(一)、本案指定代表圖為：第 1 圖

(二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：

|        |         |
|--------|---------|
| 10     | 預熱器元件   |
| 11     | 紅外線加熱器管 |
| 12     | 軋輥構件    |
| 13     | 軋輥      |
| 14     | 最後加熱器元件 |
| 15     | 輸送機輥    |
| 16, 18 | 烘箱圍室    |
| 17     | 驅動馬達    |
| 20     | 膠合組合作   |

柒、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

# 發明專利說明書

中文說明書替換頁(92年4月)

(填寫本書件時請先行詳閱申請書後之申請須知，作※記號部分請勿填寫)

※申請案號：091137695 ※IPC分類：B32B<sup>17</sup>/<sub>10</sub>, C03C<sup>25</sup>/<sub>26</sub>

※申請日期：91.12.27

## 壹、發明名稱

(中文) 玻璃積層方法

(英文) GLASS LAMINATION PROCESS

## 貳、發明人 (共 3 人)

發明人 1 (如發明人超過一人，請填說明書發明人續頁)

姓名：(中文) 大衛 保羅 布希爾

(英文) DAVID PAUL BOURCIER

住居所地址：(中文) 美國麻州路得羅市貝多路 72 號

(英文) 72 BRIDLE ROAD, LUDLOW, MASSACHUSETTS 01056,

U.S.A.

國籍：(中文) 美國

(英文) U.S.A.

## 參、申請人 (共 1 人)

申請人 1 (如申請人超過一人，請填說明書申請人續頁)

姓名或名稱：(中文) 美商索魯提亞有限公司

(英文) SOLUTIA INC.

住居所或營業所地址：(中文) 美國密蘇里州聖路易市瑪利維中心大道 575 號

(英文) 575 MARYVILLE CENTRE DRIVE, ST. LOUIS,

MISSOURI 63141, U.S.A.

國籍：(中文) 美國

(英文) U.S.A.

代表人：(中文) 馬克 F. 瓦休

(英文) MARK F. WACHTER

**捌、聲明事項**

☐ 本案係符合專利法第二十條第一項 ☐ 第一款但書或 ☐ 第二款但書規定之期間，其日期為：\_\_\_\_\_

☐ 本案已向下列國家（地區）申請專利，申請日期及案號資料如下：

【格式請依：申請國家（地區）；申請日期；申請案號 順序註記】

1. 美國；2001年12月27日；60/344,263

2. 美國；2002年11月15日；10/294,728

3. \_\_\_\_\_

☐ 主張專利法第二十四條第一項優先權：

【格式請依：受理國家（地區）；日期；案號 順序註記】

1. 美國；2001年12月27日；60/344,263

2. 美國；2002年11月15日；10/294,728

3. \_\_\_\_\_

4. \_\_\_\_\_

5. \_\_\_\_\_

6. \_\_\_\_\_

7. \_\_\_\_\_

8. \_\_\_\_\_

9. \_\_\_\_\_

10. \_\_\_\_\_

☐ 主張專利法第二十五條之一第一項優先權：

【格式請依：申請日；申請案號 順序註記】

1. \_\_\_\_\_

2. \_\_\_\_\_

3. \_\_\_\_\_

☐ 主張專利法第二十六條微生物：

☐ 國內微生物 【格式請依：寄存機構；日期；號碼 順序註記】

1. \_\_\_\_\_

2. \_\_\_\_\_

3. \_\_\_\_\_

☐ 國外微生物 【格式請依：寄存國名；機構；日期；號碼 順序註記】

1. \_\_\_\_\_

2. \_\_\_\_\_

3. \_\_\_\_\_

☐ 熟習該項技術者易於獲得，不須寄存。

(13)

塑膠材料已為略諳本技藝者所知。可根據本發明使用之其他塑膠材料包括諸如以下材料：聚胺基甲酸酯、聚對苯二酸乙二醇酯、聚氯乙烯、離子鍵共聚樹脂、聚烯烴彈性體及其他此等透明聚合材料。此外，具圖案之塑膠層或具特殊性質如太陽吸收性或反射性之層，及類似物均可輕易併入。

所揭示方法可用於製造彎曲玻璃積層片，如汽車擋風玻璃、後及側窗玻璃，以及平面玻璃積層片，如大多數建築或安全用途。所揭示方法可用於製造非玻璃積層片，以及包含二片以上玻璃之構造。例如，可自PVB片夾於二層聚碳酸酯中間製備積層片。或者，具有交替玻璃與PVB層之多層積層片可用本發明方法便利地製造。

#### 性能測試及性質

##### A) 光學品質

用裸眼檢視積層片之視覺缺陷如氣泡或玻璃與聚合中間層不完全接觸之區域。中間層厚度在整片積層片中之變異所造成之光學扭曲(透鏡)係藉將測試用積層片置於高強度氙光下並尋找透鏡效應所產生的淺及深斑紋予以評估。

##### B) 敲擊黏附力(pummel adhesion)

敲擊黏附力係用來測量塑膠片對玻璃之黏附力。敲擊黏附力試驗係為模擬撞擊消散(impact dissipation)而進行。為測量敲擊黏附力，製備玻璃積層片並控制至-17°C並以1磅鎚子用手敲擊將玻璃打破。將不黏附於PVB層之全部碎玻

## 拾、申請專利範圍

### 1. 一種製造積層片之方法，包含：

將水份含量在聚乙烯醇縮丁醛組合物之0.35重量%以下之聚乙烯醇縮丁醛組合物放在至少一堅硬基材之反面；

將該至少一堅硬基材或聚乙烯醇縮丁醛組合物或其任何組合預熱至膠合溫度；

將聚乙烯醇縮丁醛組合物與基材經由短暫施加壓力膠合以形成預積層片；

將預積層片在可有效使聚乙烯醇縮丁醛組合物黏合於基材之溫度及時間下加熱。

### 2. 如申請專利範圍第1項之製造積層片之方法，包含：

將水份含量在聚乙烯醇縮丁醛組合物之0.35重量%以下之聚乙烯醇縮丁醛組合物夾在二堅硬基材之間；

將至少基材之一或聚乙烯醇縮丁醛組合物或其任何組合預熱至膠合溫度；

將聚乙烯醇縮丁醛組合物與基材經由短暫施加壓力膠合以形成預積層片；

將預積層片在可有效使聚乙烯醇縮丁醛組合物黏合於基材之溫度及時間下加熱。

### 3. 如申請專利範圍第2項之方法，其中該預熱係在40℃至130℃之溫度範圍內進行。

### 4. 如申請專利範圍第3項之方法，其中該預熱係在70℃至

- 100°C 之溫度範圍內進行。
5. 如申請專利範圍第2項之方法，其中該短暫施加壓力之時間為少於15分鐘。
  6. 如申請專利範圍第5項之方法，其中該短暫施加壓力之時間為0.02至100秒。
  7. 如申請專利範圍第6項之方法，其中該短暫施加壓力之時間為0.04至50秒。
  8. 如申請專利範圍第2項之方法，其中該短暫施加壓力之壓力係在至少5 psi。
  9. 如申請專利範圍第2項之方法，其中該加熱係在115°C至230°C之溫度範圍內進行。
  10. 如申請專利範圍第9項之方法，其中該加熱係在125°C至220°C之溫度範圍內進行。
  11. 如申請專利範圍第2項之方法，其中該加熱時間為0.5至180分鐘。
  12. 如申請專利範圍第11項之方法，其中該加熱時間為2至60分鐘。
  13. 如申請專利範圍第2項之方法，其中該加熱係在1至3大氣壓之壓力下進行。
  14. 如申請專利範圍第13項之方法，其中該加熱係在1大氣壓之壓力下進行。
  15. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該基材至少之一係玻璃。
  16. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該聚乙炔醇縮丁醛

薄片具有 0.30 重量 % 以下之水份含量。

17. 如申請專利範圍第 16 項之方法，其中該水份含量係介於 0.01 與 0.20 重量 % 之間。

18. 如申請專利範圍第 17 項之方法，其中該水份含量係介於 0.03 與 0.18 重量 % 之間。

19. 如申請專利範圍第 2 項之方法，其中二堅硬基材之間夾有多層聚乙炔醇縮丁醛組合物。

20. 如申請專利範圍第 2 項之方法，其中該短暫施加壓力係藉軋輥施加。

21. 如申請專利範圍第 20 項之方法，其中該短暫施加壓力係在每直線吋 2 至 2000 磅之壓力下進行。

22. 如申請專利範圍第 19 項之方法，其中該多層聚乙炔醇縮丁醛組合物至少二層包含不同聚乙炔醇縮丁醛組合物。

23. 一種製造積層片之方法，包含：

將具有水份含量介於 0.01 與 0.20 重量 % 之間之聚乙炔醇縮丁醛薄片夾於二堅硬基材之間；

將聚乙炔醇縮丁醛與基材膠合在一起並密封邊部以形成預積層片；

使預積層片通過短暫施加壓力歷時 0.02 至 100 秒；及  
在 150°C 至 220°C 之溫度下加熱 0.5 至 180 秒，使聚乙炔醇縮丁醛與基材黏合並形成積層片。

24. 如申請專利範圍第 23 項之方法，其中該加熱係在 1 大氣壓之壓力下進行。

25. 如申請專利範圍第 23 項之方法，包含藉由將該聚乙炔醇



縮丁醛薄片之水份含量降至介於 0.01 與 0.20 重量 % 之間而控制該聚乙烯醇縮丁醛薄片。

26. 一種如申請專利範圍第 1 項之方法製備之玻璃積層片。
27. 一種如申請專利範圍第 2 項之方法製備之玻璃積層片。
28. 一種如申請專利範圍第 23 項之方法製備之玻璃積層片。
29. 一種玻璃積層片，其中間層水份含量自 0.03 至 0.18 重量 % 及烘烤失敗在 170℃ 至 250℃ 之範圍內。
30. 一種製造積層玻璃之裝置，包含：

主要加熱器元件，用於將一層聚乙烯醇縮丁醛組合物預熱至膠合溫度；

膠合壓力構件，用於將短暫壓力施加於至少一堅硬基材與聚乙烯醇縮丁醛組合物層之疊層組套件，以將聚乙烯醇縮丁醛組合物層膠合於堅硬基材以形成預積層組套件；及

最後加熱器元件，用於將預積層片組套件加熱至可有效使聚乙烯醇縮丁醛組合物與堅硬基材黏合之溫度及時間。

31. 如申請專利範圍第 30 項之製造積層玻璃之裝置，包含：

主要加熱器元件，用於將一層聚乙烯醇縮丁醛組合物預熱至膠合溫度；

膠合壓力構件，用於將短暫壓力施加於二片堅硬基材夾入聚乙烯醇縮丁醛組合物層之預壓未黏合疊層組套件，以將聚乙烯醇縮丁醛組合物層膠合於二堅硬基材片以形成預積層組套件；及

最後加熱器元件，用於將預積層組合併加熱至可有效使聚乙烯醇縮丁醛組合物與堅硬基材黏合之溫度及時間。

32. 如申請專利範圍第31項之裝置，尚包含：

主要壓力構件，用於將短暫壓力施加於二片堅硬基材夾入一層聚乙烯醇縮丁醛組合物之預壓未黏合疊層組合併；

主要加熱器元件，用於將預壓組合併之聚乙烯醇縮丁醛組合物層預熱至膠合溫度；

膠合壓力構件，用於將短暫壓力施加於預壓件以使聚乙烯醇縮丁醛組合物層與玻璃片黏合以形成預積層片結構；及

最後加熱器元件，用於將預積層片組合併加熱至可有效使聚乙烯醇縮丁醛組合物與堅硬基材黏合之溫度及時間。

33. 如申請專利範圍第31項之裝置，尚包含：

初步加熱器元件，用於將預壓組合併之聚乙烯醇縮丁醛組合物層預熱；

主要壓力構件，用於將短暫壓力施加於二片玻璃基材夾入一層聚乙烯醇縮丁醛組合物之預壓未黏合疊層組合併；

主要加熱器元件，用於將預壓組合併之聚乙烯醇縮丁醛組合物層預熱至膠合溫度；

膠合壓力總成，用於將短暫壓力施加於預壓件以使聚

乙烯醇縮丁醛組合物層與玻璃片黏合以形成預積層片組套件；及

最後加熱器元件，用於將預積層片組套件加熱至可有效使聚乙烯醇縮丁醛組合物與堅硬基材黏合之溫度及時間。

34. 如申請專利範圍第31項之裝置，其中壓力構件係軋輥構件。
35. 如申請專利範圍第31項之裝置，其中最後加熱器元件係在1至3大氣壓之壓力下操作。
36. 如申請專利範圍第35項之裝置，其中最後加熱器元件係在1大氣壓之壓力下操作。