

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 671 071

②1 N° d'enregistrement national :

91 14776

⑤1 Int Cl⁵ : C 03 B 23/023; C 03 C 23/00, 12/00, 27/06; C 01 B 33/12

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 29.11.91.

③0 Priorité : 28.12.90 US 635018.

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : 03.07.92 Bulletin 92/27.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche : *Le rapport de recherche n'a pas été établi à la date de publication de la demande.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : PPG INDUSTRIES, INC. — US.

⑦2 Inventeur(s) : Kadunce Randy Roger, Bush Paul Warren et Martino Pamela Lynn.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : Office Blétry.

⑤4 Matière de séparation synthétique pour le façonnage de paires de feuilles de verre.

⑤7 Le nombre de pare-brise cintrés en verre feuilleté présentant des loupes qui nuisent à leurs propriétés optiques est réduit, par l'utilisation, comme matière de séparation entre une paire de feuilles de verre pendant le cintrage, de particules de silice amorphe précipitée, telles que celles qui sont utilisées comme agents de rustication pour des peintures. Les particules forment des agglomérats relativement mous qui sont broyés et classifiés de manière à donner une distribution granulométrique étroite en comparaison de la distribution observée dans de la silice non traitée, telle que les terres de diatomées utilisées antérieurement comme matière de séparation.

FR 2 671 071 - A1



La présente invention concerne une matière de séparation qui est interposée entre les surfaces adjacentes d'une paire de feuilles de verre appariées qui sont cintrées simultanément à des températures élevées tandis qu'elles sont supportées en rapport de flexion avec un moule de cintrage de feuilles de verre.

Lorsque des feuilles de verre sont mises par paires à la forme désirée pour des pare-brise en verre feuilleté, il est nécessaire de séparer les feuilles après leur cintrage et de les assembler en sandwich en intercalant une couche intermédiaire de plastique entre elles. A moins qu'une matière de séparation appropriée ne soit interposée entre les feuilles de verre, les températures élevées, nécessaires pour que les feuilles de verre s'affaissent sous l'effet de la gravité et épousent la forme d'un moule de mise en forme ou pour cintrer simultanément à la presse les feuilles de verre superposées, peuvent faire que les feuilles de verre adhèrent l'une à l'autre au cours de leur mise en forme, ce qui rend impossible leur séparation sans détérioration du verre résultant. Cela interdit l'insertion d'une couche intermédiaire entre les feuilles de verre cintrées pour former le verre feuilleté final.

Antérieurement à la présente invention, des boues de silice naturelle, sous la forme de terres de diatomées identifiées par la marque CELITE® et produites par

Manville Product Corporation, Colorado, étaient broyées et mélangées en une bouillie aqueuse et appliquées par pulvérisation sur une grande surface de l'une des feuilles de verre d'une paire à cintrer simultanément, de façon connue de l'homme de l'art. Les particules de terre de diatomées maintenaient les feuilles de verre à faible distance l'une de l'autre tandis qu'elles s'affaissaient à l'unisson pour épouser la forme du moule de mise en forme des feuilles de verre. Toutefois, les particules de terre de diatomées ont une distribution granulométrique aléatoire et elles sont dures par nature, ce qui peut avoir pour conséquence - guère prise en considération dans l'état de la technique - de produire un défaut sous la forme de petites taches rondes ou de distorsions optiques couramment appelées loupes ou yeux-de-boeuf, qui apparaissent dans les pare-brise feuilletés.

Antérieurement aussi à la présente invention, une silice amorphe précipitée était disponible en tant qu'agent de masticage pour la peinture ou pour la fabrication de séparateurs microporeux pour accumulateurs. Les brevets US n° 4 095 994 et 4 263 051 (Crawford et al.) décrivent diverses compositions de silice utilisables comme agents de masticage pour la peinture et le brevet US n° 4 681 750 (Johnson et al.) décrit des compositions de silice amorphe précipitée, utilisables pour la fabrication de séparateurs microporeux pour accumulateurs, ainsi que des procédés de préparation de ces compositions de silice.

Il n'est pas fait mention, dans ces brevets, de l'utilisation de compositions de silice précipitée comme matières de séparation entre des feuilles de verre soumises à un cintrage simultané par exposition à la température de ramollissement par la chaleur de ces feuilles de verre.

D'après une forme de réalisation préférée de la présente invention, des feuilles de verre cintrées ont moins tendance à présenter des loupes et des éraflures lorsqu'elles sont mises en forme par paires avec
5 utilisation, comme matière de séparation, de particules classifiées de silice amorphe précipitée, en comparaison du cas où de la terre de diatomées est utilisée comme matière de séparation. Ces particules de silice ont un degré de dureté sur l'échelle de Mohs de moins de 1 et
10 une distribution granulométrique plus étroite pour leur utilisation comme matière de séparation, en comparaison de la terre de diatomées.

Dans une forme de réalisation préférée de l'invention, les particules de silice sont préparées par
15 le procédé décrit dans le brevet US n° 4 681 750 (Johnston et al.), en particulier selon la première forme de réalisation décrite dans ce brevet. D'autres particules de silice amorphe précipitée, produites par broyage et classification de granules de silice préparés
20 selon ce qui est décrit dans le brevet US n° 4 095 994 (Crawford et al.), colonne 2, ligne 20 à colonne 30, ligne 53, donnent également des matières de séparation qui sont supérieures aux silices du type terres de diatomées non traitées de l'état de la technique, mais
25 ne valent pas celles de la forme de réalisation préférée.

Dans l'état de la technique, on trouve couramment des particules de matières telles que le quartz ou des cristallites dans les matières de séparation telles que
30 la terre de diatomées. Ces matières ont une dureté sur l'échelle de Mohs d'environ 7. Lorsqu'elles sont placées entre les surfaces interfaciales de feuilles de verre ramollies par la chaleur, les particules de grosseur excessive pénètrent dans la surface du verre au cours du cintrage et forment des loupes. L'utilisation de
35 particules de silice amorphe précipitée réduit

considérablement ce défaut. Plus précisément, les
particules de silice utilisées comme matière de
séparation selon ce qui est décrit dans la présente
invention sont beaucoup plus molles que la silice non
5 traitée utilisée dans l'état de la technique et elles
sont susceptibles de se fragmenter en particules plus
petites lorsqu'elles sont comprimées. La tendance des
particules plus molles à se fragmenter en particules
plus petites lorsqu'elles sont intercalées entre des
10 feuilles de verre soumises au cintrage simultané fait
que ces particules ont moins tendance à créer des loupes
de la nature de celles que l'on observe lorsque des
particules plus dures de silice non traitée pénètrent
dans la surface du verre et en particulier lorsque les
15 plus grosses particules de silice ayant une distribution
granulométrique plus large s'insèrent dans le verre
ramolli par la chaleur. En outre, une classification des
particules de silice, avant de les appliquer sur la
surface interfaciale du verre en tant qu'agent de
20 séparation, permet de disposer de particules de silice
amorphe précipitée qui ont une distribution
granulométrique plus étroite et plus restreinte que la
silice non traitée.

La silice amorphe précipitée, dont l'utilisation
25 comme matière de séparation est proposée par la présente
invention, est non cancérigène, facilement dispersible
dans l'eau, relativement exempte de contaminants
abrasifs qui éraflent le verre ou les couches de
revêtement du verre au cours du cintrage simultané, elle
30 peut être éliminée facilement du verre cintré par lavage
et, si elle n'est pas chassée du verre cintré par
lavage, elle s'intègre dans la couche intermédiaire de
polyvinylbutyral au moment où les deux feuilles de verre
cintrées simultanément sont unies à une couche
35 intermédiaire.

Le mode de réalisation de la présente invention considéré actuellement comme le meilleur consiste à appliquer de la silice amorphe précipitée du type utilisé comme agent de masticage pour des peintures, sur l'une au moins des surfaces interfaciales d'une paire de feuilles de verre, avant le cintrage simultané, par affaissement ou à la presse, des feuilles de verre de façon connue de l'homme de l'art. Une silice précipitée de ce type peut être préparée d'une manière telle que celle qui est décrite dans les brevets US n° 4 681 750 (Johnson et al.) et 4 095 994 (Crawford et al.). Les particules de silice du type décrit dans la présente invention ont tendance à se fragmenter en particules de plus petite taille lorsqu'elles sont interposées entre des feuilles de verre ramollies par la chaleur, soumises simultanément au cintrage par affaissement, au lieu de pénétrer dans les surfaces interfaciales du verre ramolli par la chaleur comme dans le cas où des particules de silice non traitées sont utilisées.

L'étape d'interposition peut également comporter l'opération consistant à appliquer les particules de silice avant le chauffage des feuilles de verre ou bien l'opération consistant à mélanger les particules de silice à un véhicule aqueux pour former une suspension et à appliquer ladite suspension avant le chauffage des feuilles de verre.

Des silices précipitées du type préféré sont proposées par PPG Industries, Inc. sous la marque LO-VEL® pour des agents de masticage. Ces matières ont pour caractéristique commune d'être formées d'agrégats de silice amorphe précipitée ayant une grosseur de particules finale de 0,021 μm , et elles ont les caractéristiques présentées dans le tableau I suivant.

Tableau I.- Comparaison de produits de PPG par marques

	Distribution granulométrique (μm)			
	Grosseur moyenne de particules (μm)	90% de plus de	10% de plus de	Degré de broyage Hegman typique
LO-VEL® HSF	9,6	3,9	11,7	5
LO-VEL® 27	4	2,8	9	6
LO-VEL® 29	7	3	14	5
LO-VEL® 39A	10	3,5	25	2-3

Nota: La distribution granulométrique a été déterminée selon la norme ASTM C 690-80, telle que modifiée dans le brevet US n° 4 927 802 (Leatherman), colonne 5, lignes 2-16.

La matière préférée à utiliser comme agent de séparation tel que décrit dans la présente invention est l'agent de masticage LO-VEL® HSF.

Exemple

5 Dans le but d'évaluer l'efficacité de la silice amorphe précipitée en tant que matière de séparation, propre à réduire la formation de loupes, différentes matières de séparation ont été appliquées sur une surface interfaciale de feuilles de verre cintrées par

10 paires, pour une configuration de pare-brise d'essai qui était particulièrement susceptible de défauts du type loupe. La matière de séparation a été appliquée par des techniques classiques d'application au pistolet pulvérisateur, bien connues de l'homme de l'art. Chaque

15 pare-brise feuilleté a été inspecté en ce qui concerne la présence de loupes, après feuilletage. Pour cet essai, les paires de feuilles de verre du groupe témoin A ont été préparées en utilisant de la terre de diatomées du commerce CELITE®, les paires de feuille de

20 verre du groupe B ont été traitées par de la poudre de talc purifiée fournie par Fisher Scientific, Pittsburgh, PA, les paires de feuilles de verre du groupe C ont été traitées par de l'agent de masticage LO-VEL® 39A et les paires de feuilles de verre du groupe D ont été traitées

avec de l'agent de masticage LO-VEL® 29. La concentration d'agent de séparation, le nombre de pare-brise dans chaque groupe d'essai et le pourcentage de pare-brise d'essai qui ont été mis au rebut dans chaque groupe en raison de la présence de loupes sont rapportés dans le tableau II.

Tableau II

Groupe	Concentration (l à sec/l d'eau)	Nombre total de pare-brise	% de rejet pour loupes
A	0,027	243	5,4
B	0,055	134	13,4
C	0,559	128	3,9
D	0,419	98	4,1

Les résultats figurant dans le tableau II font apparaître la supériorité de la silice amorphe précipitée (groupes C et D) sur la silice non traitée (groupes A et B) en tant que matières de séparation pour le cintrage de paires de feuilles de verre, pour réduire le nombre total de loupes et réduire le nombre de pare-brise rejetés en raison de la présence de loupes. Un essai ultérieur, conduit dans des conditions normales de production en utilisant un mélange de 1,47 kg (3,25 lbs.) d'agent de masticage LO-VEL® HSF et de 189 l (50 gallons) d'eau comme matière de séparation, a donné en moyenne moins de 10 loupes par relève de travail (huit heures), soit un taux de rejet pour loupes de moins de 1%. Le taux d'application - et donc la consommation - du mélange de séparation varie selon les formes et dimensions des feuilles de verre auxquelles il est appliqué.

La forme de réalisation préférée de l'invention a été décrite ci-dessus mais il est bien entendu que l'invention peut être mise en pratique différemment de ce qui a été décrit plus particulièrement à titre d'illustration.

REVENDEICATIONS

1.- Procédé de cintrage simultané d'une paire de
feuilles de verre, dans lequel lesdites feuilles sont
supportées en rapport de superposition, chauffées à une
température à laquelle lesdites feuilles sont
5 susceptibles de se déformer et d'être mises en forme
simultanément, caractérisé en ce qu'il comprend l'étape
consistant à interposer une matière de séparation
constituée essentiellement par des particules de silice
précipitée entre lesdites feuilles de verre avant ledit
10 cintrage simultané.

2.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel
lesdites particules de silice précipitée ont une dureté
sur l'échelle de Mohs de moins de 1.

3.- Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans
15 lequel lesdites particules de silice précipitée sont
sous la forme d'agglomérats de matière siliceuse qui
sont susceptibles de se fragmenter en particules plus
petites.

4.- Procédé selon la revendication 3, dans lequel
20 lesdites particules de silice précipitée ont une
répartition granulométrique telle que 90% environ
desdites particules ont un diamètre granulométrique d'au
moins 2,8 μm et que 10% environ desdites particules ont
un diamètre granulométrique d'au moins 9 μm .

5.- Procédé selon la revendication 4, dans lequel lesdites particules de silice précipitée ont une granulométrie médiane de l'ordre de 4 à 10 μm .

5 6.- Procédé selon la revendication 3, dans lequel lesdites particules de silice précipitée ont une répartition granulométrique telle que 90% environ desdites particules ont un diamètre granulométrique d'au moins 3,9 μm et que 10% environ desdites particules ont un diamètre granulométrique d'au moins 11,7 μm .

10 7.- Procédé selon la revendication 6, dans lequel lesdites particules de silice précipitée ont une granulométrie médiane de l'ordre de 9,6 μm .

8.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 3 à 7, dans lequel ladite étape d'interposition comprend 15 l'opération consistant à appliquer lesdites particules de silice avant le chauffage desdites feuilles de verre.

9.- Procédé selon la revendication 8, comprenant en outre l'étape consistant à mélanger lesdites particules de silice à un véhicule aqueux pour former une 20 suspension, et ladite étape d'interposition comprend l'opération consistant à appliquer ladite suspension entre lesdites feuilles de verre.

10.- Procédé selon la revendication 9, dans lequel ladite étape d'application comprend l'étape consistant à 25 appliquer ladite suspension avant le chauffage desdites feuilles de verre.

11.- Procédé selon la revendication 10, dans lequel ladite suspension est un mélange d'environ 1,47 kg (3,25 lbs.) desdites particules de silice et d'environ 189 l (50 gallons) d'eau.