



MINISTRE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1006216A3

NUMERO DE DEPOT : 08801216

Classif. Internat. : B29C

Date de délivrance le : 14 Juin 1994

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 21 Octobre 1988 à 14H05 à l'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE :

ARTICLE 1.- Il est délivré à : SAINT-GOBAIN VITRAGE
"Les Miroirs" avenue d'Alsace 18, F-92400 COURBEVOIE(FRANCE)

représenté(e)(s) par : PLUCKER Guy, OFFICE KIRKPATRICK S.A., Avenue Wolfers 32 - B
1310 LA HULPE.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE ET DISPOSITIF POUR LA FABRICATION D'UNE FEUILLE DE POLYVINYLBUTYRAL.

PRIORITE(S) 26.10.87 FR FRA 8714764

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Bruxelles, le 14 Juin 1994
PAR DELEGATION SPECIALE :

MONTES L
Directeur

PROCEDE ET DISPOSITIF POUR LA FABRICATION D'UNE FEUILLE

DE POLYVINYL BUTYRAL

L'invention concerne la fabrication d'une feuille de polyvinylbutyral destinée à être utilisée en tant que couche intercalaire dans les vitrages feuilletés.

Les feuilles de polyvinylbutyral (PVB) sont fabriquées en continu, généralement à l'aide d'une filière d'extrusion, pour former un ruban qu'on enroule en bout de la ligne de fabrication pour en faciliter le stockage et le transport jusqu'à l'emplacement d'utilisation pour la fabrication des vitrages feuilletés. A cet emplacement, le ruban est découpé en primitifs pour être assemblés avec les autres éléments constitutifs des vitrages feuilletés.

Au moment de l'empilement des éléments, la feuille de matière plastique intercalaire se présente donc sous la forme d'un primitif généralement trapézoïdal dont le format est légèrement plus grand que celui du vitrage. Après l'empilement et avant l'assemblage définitif qui utilise généralement un calandrage par passage de l'empilage entre des rouleaux presseurs et un cycle d'autoclave, les parties de la feuille intercalaire qui débordent du vitrage sont découpées par détournage à l'aide d'une lame qui prend appui sur le chant du vitrage. Le vitrage subit ensuite son cycle d'autoclave.

Ce type d'assemblage nécessite une stabilité dimensionnelle de la feuille intercalaire. Or, on observe dans certains vitrages un retrait de cette feuille intercalaire notamment au cours du calandrage, qui serait dû essentiellement à l'existence de contraintes, notamment de contraintes de traction dues au procédé de fabrication de la feuille de polyvinylbutyral et qui subsistent après stockage et déroulement du ruban. Le retrait de la feuille intercalaire a pour résultat une absen-

ce de matière le long des bords du vitrage, en particulier dans les coins, ce qui peut permettre l'entrée du mastic utilisé pour le montage par collage du vitrage dans la baie, et/ou un affaiblissement de l'adhésion des éléments du feuilleté entre-eux. Finalement, le retrait de la feuille peut entraîner la mise au rebut du vitrage.

Pour remédier à ce problème de retrait de la feuille au cours de l'assemblage avec les autres éléments constitutifs des vitrages, on est amené à faire subir à la feuille de PVB un cycle de relaxation entre le déroulement de la feuille après stockage et son utilisation en tant qu'intercalaire dans la fabrication des vitrages feuilletés. Ce cycle correspond à un séjour de la feuille sous forme de primitifs, pouvant aller jusqu'à plusieurs jours dans un local adapté, à une température normale, c'est-à-dire d'environ 20°C. Cette solution n'est pas satisfaisante, économiquement. En outre, elle ne résout pas le problème du collage de la feuille sur elle-même au coeur du rouleau lors du stockage. Bien que figée avant enroulement à une température environ égale ou inférieure à 10°C et maintenue stockée à cette température, la feuille est sujette à un retrait lors du stockage, de sorte que les couches successives collent entre elles, en particulier au coeur du rouleau. Il est alors nécessaire d'exercer des forces de traction importantes sur la feuille pour la dérouler. Il s'ensuit un allongement de la feuille, des tensions supplémentaires, et finalement un retrait encore plus grand lorsque les tensions pourront se relacher. Dans certains cas le collage est tel que le déroulement est impossible.

Dans la demande de brevet européen 0 021 667 il a déjà été proposé pour réduire le retrait de la feuille de PVB, d'exercer sur la feuille de polyvinylbutyral une tension constante, comprise entre 35 et 173 grammes par centimètre linéaire, puis d'enrouler la feuille en conservant cette même tension, et de stocker le rouleau à une température inférieure à 15°C avant son utilisation. Par ce procédé on arrive à réduire le retrait de la feuille de polyvinylbutyral dans l'assemblage, au cours de la fabrication du vitrage feuilleté. Mais ce procédé n'est pas entièrement satisfaisant, notamment dans le cas de la fabrication d'un ruban de polyvinylbutyral à caractère très élastique. Un retrait subsiste avec les inconvénients déjà cités.

L'invention propose un nouveau procédé de fabrication d'une

feuille de polyvinylbutyral destinée à être utilisée dans les vitrages feuilletés, qui favorise le retrait de la feuille avant enroulement, de sorte que le retrait à l'assemblage devient négligeable et qui obvie aux autres inconvénients cités.

Le procédé selon l'invention comprend les opérations suivantes connues en soi :

- on extrude un mélange de polyvinylbutyral et de plastifiant pour former la feuille de PVB,
 - on fait subir à la feuille un traitement d'humidification et de relaxation en la maintenant tendue entre des rouleaux,
 - on fait passer la feuille de PVB dans une zone froide où l'on fige la feuille, notamment par passage autour de tambours refroidisseurs,
 - on enroule la feuille sous une tension déterminée pour en faire un rouleau qu'on peut stocker et transporter,
- et conformément à l'invention, après le traitement d'humidification et de relaxation de la feuille tendue entre des rouleaux et avant son figeage par passage dans la zone froide, on laisse la feuille de PVB former au moins une boucle libre au cours de son déplacement, c'est à dire une boucle dans laquelle la feuille n'est soumise qu'à son propre poids.

La boucle libre permet à la feuille de se relaxer totalement car elle n'est alors soumise qu'au seul effet de son propre poids et non plus à des tensions entre rouleaux.

La longueur de la boucle libre peut varier en fonction du type de feuille de polyvinylbutyral fabriqué, c'est-à-dire selon la nature des composants de départ, résine de PVB et plastifiant. Mais généralement pour un type donné de PVB, pour une épaisseur donnée et une largeur de feuille donnée, la longueur de la boucle est une valeur sensiblement constante, généralement comprise entre 40 centimètres et 2 mètres. En fait cette longueur dépend de la vitesse d'avance de la feuille, ces deux paramètres étant liés à la durée de la relaxation supplémentaire apportée par la boucle libre qui correspond à la durée de passage d'un point de la feuille dans cette boucle. Ainsi, sous un aspect de l'invention, on laisse la feuille de PVB au cours de son déplacement continu se relaxer avant son figeage sous le seul effet de son propre poids pendant une durée au moins égale à 5 secondes environ.

Un autre paramètre important est la température de la feuille de PVB dans la boucle libre. Afin d'obtenir la relaxation optimale, la feuille de PVB doit être portée à une température comprise entre 25°C et 80°C. A une température inférieure à 25°C, aucune relaxation supplémentaire n'est observée alors qu'à une température supérieure à 80°C, la feuille devient trop molle.

De préférence, la température de la feuille est comprise entre 45°C et 55°C.

Outre la relaxation supplémentaire apportée à la feuille par son passage par une boucle libre, cette boucle libre, de par sa position avant l'opération de figeage, permet le figeage de la feuille alors que celle-ci ne subit aucune force de traction, si ce n'est le propre poids de la feuille dû à la différence de niveau de la partie basse de la boucle par rapport au niveau des moyens de reprise de la feuille en aval. Ainsi, de préférence le figeage de la feuille est effectué alors que la feuille est à un niveau proche du niveau le plus bas de la boucle.

Un des avantages du procédé selon l'invention est que la boucle libre, en particulier la mesure de sa hauteur, est un moyen de contrôle simple de l'avance régulière de la feuille, nécessaire à l'éviction des tensions génératrices de contraintes. Ainsi, en mesurant à l'aide d'un détecteur le niveau inférieur de la boucle, on peut détecter les variations de ce niveau et modifier en conséquence les vitesses des rouleaux transporteurs de la feuille et en particulier des rouleaux disposés en aval de la boucle, ainsi que la vitesse des tambours refroidisseurs autour desquels s'effectue le figeage de la feuille.

En combinaison avec la formation d'une boucle libre avant figeage de la feuille, on peut améliorer encore, le cas échéant, la relaxation de la feuille de polyvinylbutyral en prévoyant d'autres boucles libres disposées avant le figeage de la feuille. On peut ainsi prévoir d'autres boucles juste en amont de la première boucle, et après la zone d'humidification et de relaxation sous tension entre rouleaux.

Dans une variante, on peut prévoir une ou plusieurs boucles libres entre deux parties de la zone d'humidification et de relaxation sous tension entre rouleaux.

Le procédé selon l'invention s'applique avec avantage à la fabrication d'une feuille de PVB obtenue par extrusion d'un mélange d'une résine de PVB avec un plastifiant, la résine de PVB ayant une masse moléculaire de 30 000 à 600 000, une teneur de 0 à 10 % en poids de groupements esters résiduels, calculée comme acétates de polyvinyle, une teneur en hydroxyles de l'ordre de 12 à 25 % en poids exprimée comme alcool polyvinylique. Ces résines sont préparées de préférence comme décrit dans la publication de brevet français FR 2 401 941 et leur teneur en groupements esters résiduels est inférieure à 5 %. Le plastifiant est de préférence un adipate mixte d'alkyle et d'alkylaryle tel que l'adipate de benzyle et d'octyle, l'adipate de benzyle et d'hexyle, l'adipate de benzyle et de butyle, l'adipate de benzyle et de décyle, un adipate de dialkyle tel l'adipate de di-n-hexyle, un diheptanoate de triéthylèneglycol, ou un mélange de ces plastifiants.

L'invention concerne également un dispositif pour la fabrication d'une feuille de polyvinylbutyral, permettant d'éliminer les contraintes de tension avant le figeage de la feuille et son enroulement pour le stockage avant utilisation. Ce dispositif est constitué d'une ligne de fabrication comprenant une extrudeuse, une zone chaude comprenant des caissons à atmosphère humidifiée, munis de rouleaux autour desquels se déplace la feuille extrudée, une zone intermédiaire munie d'au moins deux rouleaux entre lesquels la feuille de PVB forme une boucle libre, une zone froide comprenant un compartiment muni de tambours refroidisseurs et un compartiment pour l'enroulement où la feuille est enroulée sur un tambour cylindrique pour former un rouleau de PVB qui pourra ultérieurement être stocké et transporté sur les lieux d'utilisation pour la fabrication des vitrages feuilletés. Le dispositif est avantageusement équipé d'un détecteur repérant la position du niveau inférieur de la boucle.

La figure 1 est une représentation simplifiée d'une partie du dispositif selon l'invention.

Cette partie du dispositif comprend une zone chaude 1 formée de deux caissons 2, 3 d'humidification et de relaxation, munis de rouleaux supérieurs 4 et inférieurs 5 entre lesquels circule tendue la feuille de polyvinylbutyral 6, une zone froide 7 comprenant un compartiment muni de deux tambours refroidisseurs 9, 10, un compartiment pour l'enroulement de la feuille muni d'un dispositif d'enroulement 12 pour

former un rouleau 13. Entre le deuxième caisson 3 d'humidification de la feuille et les tambours refroidisseurs 9, 10, le dispositif est muni de plusieurs rouleaux 14 pour le transport de la feuille 6 entre la zone chaude 1 et la zone froide 7. Deux rouleaux 15 et 16 sont suffisamment espacés l'un de l'autre pour permettre la formation d'une boucle libre 17. Le niveau du rouleau aval 16 est inférieur au niveau du rouleau amont 15. Cette disposition permet d'avoir une grande longueur de boucle, par exemple supérieure à 1 mètre, tout en minimisant la tension due au poids de la boucle avant l'opération de figeage de la feuille. Sous le rouleau aval 16 est disposé un détecteur 18 repérant le niveau inférieur de la boucle. Ce détecteur est lié à un système de régulation de la vitesse des rouleaux disposés en aval. D'autres rouleaux 19 portent la feuille entre le rouleau 16 et le tambour refroidisseur 9 et forment une genouillère. Des rouleaux de renvoi 20 amènent la feuille au dispositif d'enroulement 12 pour former le rouleau 13.

Le dispositif peut encore comprendre des moyens de chauffage supplémentaires à ceux d'une ligne de fabrication conventionnelle, par exemple des résistances infrarouge 21, disposées en amont du rouleau 15 supportant la boucle libre. Le chauffage permet de porter la température de la feuille à la valeur désirée pour obtenir la relaxation optimale, lorsque la température de la feuille à la sortie de la zone chaude d'humidification est insuffisante.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront dans les exemples suivants :

EXEMPLE 1

On fabrique une feuille de polyvinylbutyral à partir d'une résine de PYB de masse moléculaire 30 000 à 600 000 ayant une teneur de 0 à 10 % en poids de groupements esters résiduels calculée comme acétate de polyvinyle, une teneur en hydroxyle de l'ordre de 12 à 25 % en poids exprimée comme alcool polyvinylique. Cette résine est obtenue d'après le procédé décrit dans la publication de brevet français 2 401 941.

A la résine de PYB est mélangé le plastifiant, à raison d'environ 10 à 65 % en poids de PYB plastifié. En tant que plastifiant, on peut utiliser un adipate mixte d'alkyle et d'alkylaryle comme décrit dans la publication de brevet européen 0 011 577. La feuille de PYB extrudée sous une épaisseur d'environ 0,76 mm passe dans un bain d'eau

froide et en ressort pour arriver au premier caisson 2 de la zone chaude et humide. Dans ce caisson, ainsi que dans le suivant, la feuille acquiert le taux d'humidité désiré tout en se relaxant d'une partie des contraintes dues à l'extrusion. A la sortie des deux caissons 2, 3 de la zone chaude et humide, la feuille qui est à une température de 45-50°C environ, est saisie par les rouleaux 14 et elle est soumise à un chauffage par les résistances infrarouge 21, qui la portent à une température d'environ 55°C, avant de former une boucle libre 17 entre les deux rouleaux 15 et 16. La hauteur h_1 entre l'axe du rouleau 15 et le niveau bas de la boucle est d'environ 80 cm alors que la hauteur h_2 entre l'axe du rouleau 16 et ce même niveau bas est d'environ 20 cm. La vitesse de passage de la feuille dans la boucle libre est d'environ 10 mètres par minute.

La feuille reprise ensuite par les rouleaux 19 passe autour des deux tambours refroidisseurs 9, 10, chacune des deux faces de la feuille étant au contact successivement avec la face d'un des deux tambours. La feuille est refroidie ainsi jusqu'à une température inférieure à 10°C environ, avant d'être enroulée au poste d'enroulement pour former un rouleau 13 qui peut être stocké par exemple à une température inférieure ou environ égale à 10°C et transporté.

La feuille ainsi préparée est utilisée pour la fabrication des vitrages feuilletés. A cette fin, elle est déroulée du rouleau. Cette opération s'effectue facilement, on observe aucun collage de la feuille sur elle-même, même au coeur du rouleau. Elle est découpée en primitif et intercalée entre deux feuilles de verre. Les parties débordantes de la feuille sont découpées par détournage. Le vitrage est calandré. Aucun retrait de la feuille de PVB n'est observé lors de la dépose entre les feuilles de verre, ni au calandrage. Puis le vitrage subit un cycle d'autoclave dans des conditions de température et de pression usuelles, à savoir 140°C environ à 10 bars environ.

A la sortie de l'autoclave, pas plus que précédemment, aucun retrait de la feuille, ni décollement périphérique n'est observable.

EXEMPLE TEMOIN

On opère de la même façon que dans l'exemple 1, sauf qu'on fait passer directement la feuille d'un rouleau à l'autre, sans lui laisser former la boucle libre entre les rouleaux 15 et 16.

La feuille de PVB ainsi préparée est utilisée de la même façon que dans l'exemple 1 pour la fabrication des vitrages feuilletés. On observe tout d'abord un collage de la feuille sur elle-même au moment du déroulement. Dès la dépose de l'intercalaire sur une feuille de verre, on observe un retrait de la feuille qui s'accroît au cours du calandrage pour atteindre plusieurs millimètres, en particulier dans la dimension correspondant au sens de formation du ruban de PVB et surtout dans les angles du vitrage.

R E V E N D I C A T I O N S

1.- Procédé de fabrication d'une feuille (6) de polyvinylbutyral destinée à être utilisée dans les vitrages feuilletés dans lequel on extrude la feuille (6) de polyvinylbutyral, on lui fait subir un traitement d'humidification et de relaxation en la maintenant tendue entre des rouleaux (4, 5), on fait passer la feuille (6) de polyvinylbutyral dans une zone froide (7), notamment autour de tambours refroidisseurs (9, 10), afin de la figer, on enroule la feuille (6) sous une tension déterminée, caractérisé en ce qu'avant le figeage de la feuille (6) dans la zone froide (7), on laisse la feuille (6) former au moins une boucle libre (17).

2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la durée de passage de la feuille (6) dans la boucle libre (17) est supérieure à 5 secondes.

3.- Procédé selon une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la température de la feuille (6) de polyvinylbutyral dans la boucle libre (17) est comprise entre 25 et 80°C et de préférence entre 45 et 55°C.

4.- Procédé selon une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la longueur de la boucle libre (17) est comprise entre 40 centimètres et 2 mètres.

5.- Procédé selon une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on chauffe la feuille (6) juste avant la formation de la boucle libre (17).

6.- Procédé selon une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il est prévu d'autres boucles libres en amont.

7.- Procédé selon une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'on régule la vitesse des

tambours refroidisseurs (9, 10) en fonction de la position du niveau inférieur de la boucle (17).

8.- Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'il comprend une zone chaude (1) comprenant des compartiments (2, 3) à atmosphère humidifiée, munis de rouleaux (4, 5) autour desquels peut se déplacer la feuille (6), une zone intermédiaire munie d'au moins deux rouleaux (15, 16) suffisamment espacés pour permettre la formation de la boucle libre (17), une zone froide (7) comprenant un compartiment (8) muni de tambours refroidisseurs (9, 10), un compartiment (11) pour l'enroulement muni d'un tambour cylindrique (13).

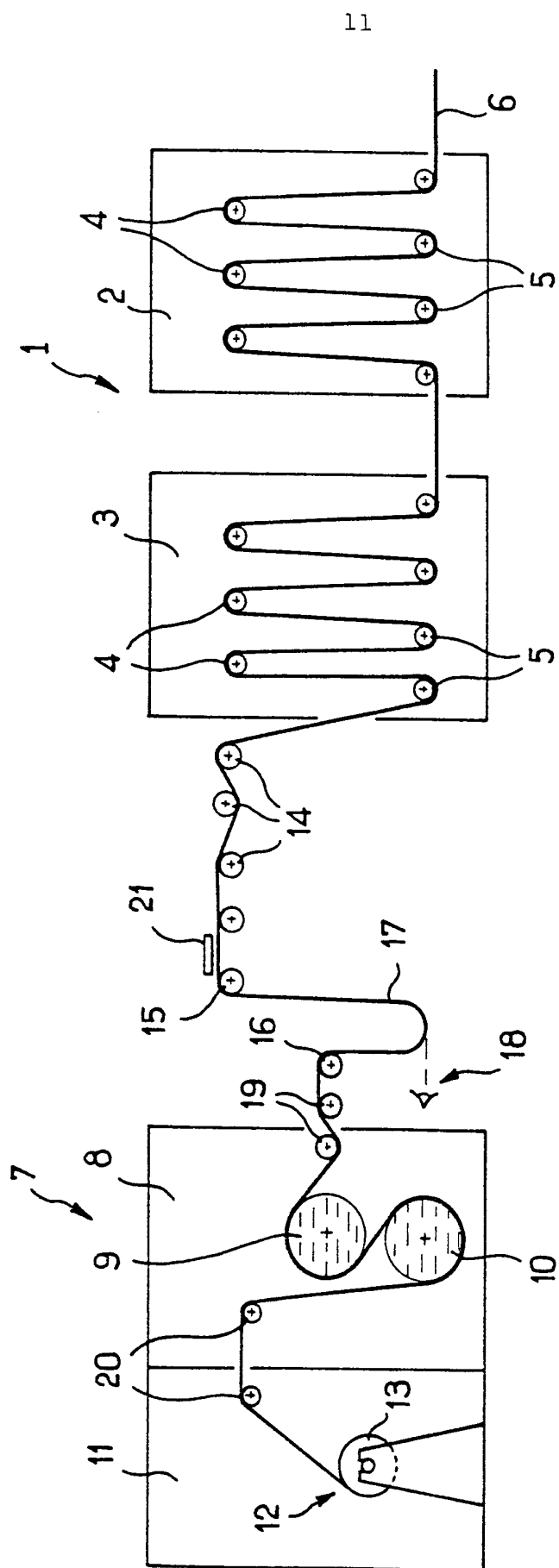
9.- Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que le rouleau (15) disposé en amont de la boucle (17), est à un niveau supérieur à celui du rouleau (16) disposé en aval.

10.- Dispositif selon une des revendications 8 et 9, caractérisé en ce qu'il comprend un détecteur (18) repérant la position du niveau inférieur de la boucle (17) dont le signal est transmis à un régulateur de vitesse des tambours refroidisseurs (9, 10).

11.- Dispositif selon une des revendications 8 à 10, caractérisé en ce qu'il comprend des moyens de chauffage disposés en amont du premier rouleau (15) supportant la boucle libre (17).

12.- Dispositif selon la revendication 11, caractérisé en ce que les moyens de chauffage sont des résistances infrarouges (21).

13.- Feuille (6) de polyvinylbutyral obtenue par la mise en oeuvre du procédé selon une des revendications 1 à 7.





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BE 8801216
BO 3952

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
A	EP-A-0 191 130 (DYNAMIT NOBEK AG) * abrégé * * page 2 * * page 5, ligne 1 - ligne 19 * ---	1-13	B29C71/02 B29C47/88 B29C61/00
A	EP-A-0 185 863 (DYNAMIT NOBEL AG) * abrégé * * page 2, ligne 14 - ligne 27 * * page 4, ligne 27 - ligne 34 * * page 5, ligne 1 - ligne 5 * ---	1-13	
A	DE-A-3 408 613 (ALKOR GMBH) * abrégé * * page 14, ligne 22 - ligne 23 * * page 23; figure * ---	1-13	
A	US-A-4 425 406 (H.P. PALMA) * colonne 1, ligne 10 - ligne 37 * ---	1-13	
A	US-A-3 255 567 (PITTSBURGH PLATE GLASS CO.) * colonne 1, ligne 10 - ligne 29 * * colonne 2, ligne 55 * -----	1-13	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4) B29D B29C B32B
Date d'achèvement de la recherche 12 MARS 1993		Examinateur LANASPEZE J.P.Y.	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BE 8801216
BO 3952

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

12/03/93

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP-A-0191130	20-08-86	DE-A- 3504997	14-08-86
		JP-A- 61188123	21-08-86
EP-A-0185863	02-07-86	AU-B- 576916	08-09-88
		AU-A- 5047885	03-07-86
		DE-A- 3536118	26-06-86
		JP-A- 61154919	14-07-86
DE-A-3408613	12-09-85	Aucun	
US-A-4425406	10-01-84	Aucun	
US-A-3255567		Aucun	