



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

254564

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

B 29 D 7/00 //

B 29 K 23:00

(22) Přihlášeno 23 12 85

(21) PV 9832-85

(40) Zveřejněno 14 05 87

(45) Vydáno 15 09 88

(75)
Autor vynálezu

ZVONÍČEK JOSEF ing. CSc., JELÍNEK OTTO ing., SLÁDEČEK ANTONÍN,
ČERMÁK JAROSLAV, GOTTWALDOV, KUČA LUBOMÍR, ŠTOČEK VINCENC, NAPAJEDLA

(54) **Fólie z polyetylénu k separaci polyvinylbutyralových fólií pro výrobu
vrstvených bezpečnostních skel**

Řešení se týká použití polyetylénových fólií k separaci polyvinylbutyralových fólií, určených pro výrobu vrstvených bezpečnostních skel. Podstata tohoto řešení spočívá v tom, že se jako separační fólie při výrobě polyvinylbutyralových fólií, které jsou určeny pro vrstvená bezpečnostní skla, a mají řízenou kvalitou povrchové struktury, použije fólie z polyetylénu o tloušťce do 25 μ m. Hlavní výhodou řešení je skutečnost, že použití výše specifikované fólie zaručuje i bez úpravy jejího povrchu a bez modifikace jejich vlastností přísadami zachování povrchové struktury separované polyvinylbutyralové fólie určené pro výrobu vrstvených bezpečnostních skel.

Vynález se týká použití polyetylenových fólií k separaci polyvinylbutyralových fólií vyráběných vytlačováním, určených pro výrobu vrstvených bezpečnostních skel. Přesto, že jako mezivrstvy vrstveného bezpečnostního skla lze použít různé typy plastů jako jsou např. acetát celulózy, nitrát celulózy, polymery kyseliny akrylové nebo metakrylové a polyuretanů, zůstává prozatím nejrozšířenějším materiálem pro tento účel polyvinylbutyral. Je tomu tak proto, že požadavky stavebního a zejména automobilového a leteckého průmyslu na vlastnosti výsledného laminátu jsou velmi náročné a polyvinylbutyral je velmi dobře splňuje. Tyto vlastnosti mají i mezivrstvy z polyuretanů avšak jejich nevýhodou je značně vysoká cena.

Polyvinylbutyralové fólie se vyrábí vytlačováním na vytlačovacích strojích přes širokoštěrbinovou hlavu. Výroba vrstvených bezpečnostních skel klasického provedení potom spočívá ve spojení dvou skleněných desek touto fólií. Proces spojování vrstev laminátu probíhá nejčastěji dvoustupňově. Nejprve se na sebe poskládají vrstvy v pořadí sklo-fólie-sklo předlisují při teplotách 60 až 120 °C za tlaku 0,2 až 0,6 MPa, potom se vylisují v autoklávu při teplotách 130 až 160 °C a za tlaku 0,6 až 1,5 MPa.

Vkládání fólie mezi skla se provádí tak, že na omyté sklo se pokládá ručně fólie, přičemž je nutné, aby s ní bylo možné po skle dobře manipulovat. Z toho důvodu je požadován nízký koeficient tření mezi fólií a sklem. Fólie se nesmí na sklo lepit a proto musí mít vhodnou kvalitu povrchu.

Při předlisování musí dojít k odstranění vzduchu z rozhraní sklo-fólie. To se provádí buď odsáním vzduchu vakuově nebo jeho postupným vytlačováním při průchodu laminátu šterbinou mezi dvěma válci. Odstranění vzduchu v obou těchto případech napomáhá vhodná povrchová struktura polyvinylbutyralové fólie.

Jak bylo uvedeno, má kvalita povrchové struktury značný vliv na manipulovatelnost fólie po skle a na možnost odstranění vzduchu z laminátu při předlisování.

Zabránit lepení fólie na sklo lze například přidávkou 0,1 až 1 % esterových vosků, jak je popsáno v ČS patentovém spise č. 192 935. Nevýhodou tohoto způsobu je, že při nepřesném dávkování může negativně ovlivnit adhezi skla k fólii, což je u vrstvených bezpečnostních skel nežádoucí. Jiným způsobem vedoucím k současnému snížení lepivosti fólie a k usnadnění odstranění vzduchu při předlisování je úprava povrchové struktury polyvinylbutyralové fólie. Této úpravy lze dosáhnout dvěma základními způsoby. Buď dezénováním, jak je uvedeno např. v patentových spisech NSR č. 1 927 936 nebo č. 2 015 743, nebo vytlačováním podélně rýhovaných fólií např. podle ČS patentového spisu č. 131 259. Lze říci, že oba tyto způsoby jsou vhodné a jsou v praxi využívány.

Dosažením vyhovující povrchové struktury však celý problém nekončí. Tuto povrchovou strukturu je nutné chránit až do zpracování před porušením. Prakticky to znamená realizovat návin polyvinylbutyralové fólie do role tak, aby nedošlo k poškození nebo deformaci jejího povrchu při dopravě a skladování.

Způsob, při němž je fólie navíjena s nánosem jemného prášku omyvatelného vodou, např. NaHCO_3 patří k nejstarším. Jeho nevýhodou je, že fólie musí být před zpracováním umyta vodou a vysušena na optimální zpracovatelský obsah vlhkosti, který je obvykle v rozsahu 0,2 až 0,8 % H_2O . Vyžaduje tedy dvě technologicky značně náročné operace.

Další možností je využít efektu tuhnutí polyvinylbutyralové fólie s klesající teplotou. Jedná se tzv. podchlazené fólie, které jsou navíjeny, přepravovány a skladovány až do zpracování za snížených teplot v rozsahu 6 až 12 °C. Tato teplota zaručuje dostatečnou tuhost, při níž se povrch fólie nedeformuje a nepoškozuje. Vhodným vnějším obalem se dosáhne toho, že si fólie udrží obsah vlhkosti v požadovaném rozsahu, tak jak je nastaven technologickými podmínkami při výrobě. Nevýhodou je potřeba temperovaných prostor už ve výrobě, ale i ve skladech a v dopravních prostředcích, kterými jsou nejčastěji mrazírenské vozy.

Jinou možnost poskytuje **prokládání polyvinylbutyralové fólie** při navíjení jinou vhodnou tzv. separační fólií. To je **velmi výhodné, neboť lze nastavit ve výrobě optimální obsah vlhkosti, dosáhnout kvalitního povrchu a vnějším obalem zajistit udržení obsahu vlhkosti až do zpracování.** Při zpracování **se separační fólie odvíjí mimo a není třeba provádět žádné další operace.** Také přeprava a skladování **se provádí za normálních teplot.** Jediným požadavkem na tento způsob je **zabránit deformování povrchové struktury vyrobené polyvinylbutyralové fólie.**

Aplikace separační fólie je běžná **ve světě i v ČSSR.** Používají se většinou polyolefinové fólie tloušťky 0,035 až 0,050 mm. Jejich **vývoj se ubíral dvěma směry.** V zahraničí to byl trend k použití separačních fólií s **upravovaným povrchem prováděným dezénováním.** Vychází z předpokladu, že drsný povrch separační fólie **nemůže deformovat nežádoucím způsobem, zejména vyhlazovat, úmyslně vytvořenou povrchovou strukturu polyvinylbutyralové fólie, což způsobují hladké separační fólie bez úpravy povrchu.**

Jiný trend je představován separační fólií bez úpravy povrchu, jejíž **elastické deformační vlastnosti jsou takové, že umožňují přizpůsobení tvaru povrchové struktury polyvinylbutyralové fólie.** Tato separační fólie, popsaná v ČS patentovém spise č. 174 507, je vlastně tak měkká, že **nerovnosti povrchu polyvinylbutyralové fólie se do ní vtisknou a nedojde k jejich vyhlazení nebo deformaci.** Těchto elastických deformačních vlastností separační fólie se dosáhne modifikací polyetylénu 10 až 50 % termoplastického kaučuku, s výhodou polyizobutylenu.

Přestože se oba typy separačních fólií používají, mají **dílčí nevýhody.** V prvním případě je to nutnost úpravy povrchu fólie **dezénováním, ve druhém zase potřeba přidávat do receptury modifikační přísadu.** Pro úspěšné dezénování jsou vhodné fólie o tloušťce 0,025 až 0,05 mm. Aby správně fungovala modifikovaná separační fólie, musí mít tloušťku 0,04 až 0,05 mm (aby umožnila vtlačení povrchových nerovností).

Výše uvedené nedostatky řeší použití separační fólie podle vynálezu. Podstata vynálezu spočívá v tom, že se jako separační fólie při výrobě polyvinylbutyralových fólií, které jsou určeny pro vrstvená bezpečnostní skla a mají řízenou kvalitou povrchové struktury, použije fólie z polyetylénu o tloušťce do 25 μ m.

Hlavní výhodou řešení podle vynálezu je skutečnost, že použití výše specifikované fólie **zaručuje i bez úpravy jejího povrchu a bez modifikace jejích vlastností přísadami zachování povrchové struktury separované polyvinylbutyralové fólie, určené pro výrobu vrstvených bezpečnostních skel.** K objasnění tohoto efektu slouží následující úvaha:

K měření povrchové struktury se používá speciálních přístrojů **rozeznávajících nerovnosti o velikosti řádově 0,001 mm.** Optimální kvalita povrchové struktury je dána **nerovnoměrnostmi v rozsahu střední aritmetické hodnoty absolutních úchylek profilu označované R_a 0,002 až 0,007 mm.** Takový povrch polyvinylbutyralové fólie je nelepivý a zároveň umožňuje velmi dobře odstranění vzduchu z laminátu při předlisování. Výšku a hloubku nerovností povrchu a rozteče mezi nejvyššími a nejnižšími body charakterizuje lépe než R_a a hodnota R_z , což je střední hodnota z absolutních hodnot výšek nejvyšších výstupků profilu a hloubek pěti nejnižších prohlubní profilu v rozsahu základní délky.

Hodnota R_z je optimální v rozsahu 0,015 až 0,06 mm. Je zvykem udávat hodnoty R_a a R_z v mikrometrech. Optimálně se tedy má R_a pohybovat v rozmezí 2 až 7 μ m a R_z 16 až 60 μ m. Pokud se používá separačních fólií, které mají tloušťku vyjádřenou v mikrometrech nižší než 25 μ m, je umožněn ve značné míře ohyb této separační fólie na výstupcích polyvinylbutyralové fólie. Čím je tloušťka fólie větší, tím hůře dochází k ohybu a výstupky jsou tlakem deformovány.

Tento princip potvrzuje pozorování vzhledu tenké separační fólie, tloušťky 15 μ m, po odvinutí z role za 7 měsíců. Separací fólie převzala povrchovou strukturu od polyvinyl-

butyralové fólie - byla jí vlastně "nadesénována". Měření vlastních hodnot R_a po této době neprokázalo významné změny a manipulační lepidlost se změnila v dovořených mezích.

K bližšímu objasnění podstaty vynálezu slouží následující příklady praktických aplikací, z nichž první dva dokumentují úspěšné použití separační fólie podle vynálezu a třetí pak ilustruje neúčinnost použití běžné polyetylenové fólie s tloušťkou nad 25 μm .

P ř í k l a d 1

Na dvoušnekovém vytlačovacím stroji byla vyrobena polyvinylbutyralová fólie rozměru 1 100 x 0,8 mm s povrchovou strukturou charakterizovanou hodnotou $R_a = 5,8$ až 7,4 μm . Role byla navinuta se separační fólií z lineárního polyetylenu o tloušťce 20 μm . Pro ověření dlouhodobého vlivu separační fólie na povrchovou strukturu byla fólie skladována 7 měsíců u odběratele a zpracovatele v originálním balení. Po odebrání vzorku pět metrů od povrchu návinu byla skladována ještě 1 měsíc a potom normálně zpracována. V tabulce jsou uvedeny naměřené hodnoty povrchové struktury u výrobce i u zpracovatele PVB fólie v dohodnutých místech, kterými byly levý okraj, střed a pravý okraj změřené z horní i spodní strany. Stanovena byla také hodnota lepidlosti. Stálost hodnot v průběhu celé role byla potvrzena měřením na začátku, uprostřed a na konci role při zpracování fólie.

Výsledky získané u výrobce

Měření provedeno	R_a horní strany (μm)			R_a spodní strany (μm)			Lepivost ⁺ (ks)
při výrobě fólie	5,8	7,2	7,2	6,3	7,1	7,4	5
za 7 měsíců	7,1	6,3	7,8	5,6	6,5	7,6	-
za 8 měsíců - počát. role	5,3	6,2	7,3	6,9	6,2	7,2	-
- střed role	5,6	5,9	7,6	6,7	6,8	7,3	-
- konec role	7,0	5,9	7,0	5,5	6,2	7,5	-

Výsledky získané u zpracovatele

Měření provedeno	R_a horní strany (μm)			R_a spodní strany (μm)			Lepivost ⁺ (ks)
za 7 měsíců	5,2	6,4	7,0	6,3	6,1	6,9	1
za 8 měsíců - počát. role	5,2	5,8	7,2	6,8	6,1	7,2	1
- střed role	5,2	5,6	7,0	6,2	5,8	6,3	2
- konec role	6,0	5,2	6,2	5,1	5,7	6,8	3

⁺ Hodnota lepidlosti je udána v počtech slepených kusů vzorků PVB fólie 6 x 8 cm. Pro tloušťku 0,8 mm se zatíží na sobě 15 těchto vzorků 300 gramy na dobu 2 hodin. Potom se za rožek pinzetou odlupují jednotlivé vzorky. Zkouška se ukončí, když se vzorek neoddelí od ostatních. Jedná se o zkoušku dohodnutou mezi výrobcem a zpracovatelem fólie. U fólie tloušťky 0,8 mm jsou vyhovující všechny hodnoty lepidlosti nižší než 9 ks.

Jak je z výsledků vidět nedošlo k nežádoucím změnám ani po 8 měsících skladování PVB fólie.

P ř í k l a d 2

Vytlačováním byla vyrobena polyvinylbutyralová fólie rozměru 1 000 x 0,4 mm s povrchovou

strukturou charakterizovanou hodnotou $R_a = 3,5$ až $5,2 \mu\text{m}$, která byla navinuta na roli se separační fólií z lineárního polyetylenu o tloušťce $15 \mu\text{m}$. Po převezení od výrobce ke zpracovateli byla role skladována 4 měsíce a po změření povrchové struktury skladována další 3 měsíce. Potom byla při normálním zpracování na vrstvená bezpečnostní skla změřena znovu povrchová struktura z horní i spodní strany fólie na počátku, uprostřed a na konci role na levém okraji, uprostřed i na pravém okraji pásu fólie. Stanovena byla také hodnota manipulační lepidlosti.

Výsledky získané u zpracovatele

Měření provedeno	R_a horní strany (μm)			R_a spodní strany (μm)			Lepivost ⁺ (ks)
za 4 měsíce	5,1	3,7	5,2	4,1	3,2	4,5	2
za 7 měsíců - počát. role	5,4	3,3	5,5	4,2	2,9	3,7	6
- střed role	4,0	3,5	4,3	3,6	2,4	3,2	8
- konec role	3,5	2,6	4,0	5,0	3,8	4,4	7

⁺ Hodnota lepidlosti je udána v počtech slepených kusů vzorků PVB fólie $6 \times 8 \text{ cm}$. Pro tloušťku $0,4 \text{ mm}$ se zatíží na sobě 30 těchto vzorků 300 gramy na dobu 2 hodin. Potom se za rožek pinzetou odlupují jednotlivé vzorky. Zkouška se ukončí když se vzorek neoddělí od ostatních. U fólie tloušťky $0,4 \text{ mm}$ jsou vyhovující všechny hodnoty lepidlosti nižší než 18 ks. Jak je vidět z výsledků nedošlo po 7 měsících skladování k nežádoucím změnám.

P ř í k l a d 3

Na dvoušnekovém vytlačovacím stroji byla vyrobena polyvinylbutyralová fólie rozměru $750 \times 0,8 \text{ mm}$ s povrchovou strukturou charakterizovanou hodnotou $R_a = 4,0$ až $4,6 \mu\text{m}$. Role byla navinuta se separační fólií z polyetylenu, vyráběnou v tloušťkové toleranci 25 až $55 \mu\text{m}$ s průměrnou hodnotou $32 \mu\text{m}$. Pro ověření vlivu separační fólie na povrchovou strukturu byla prováděna postupná měření hodnoty R_a a lepidlosti fólie. Výsledky jsou uvedeny v tabulce:

Měření provedeno	R_a horní strany (μm)	R_a spodní strany (μm)	Lepivost ⁺ (ks)
za 1 den	4,6	4,0	0
za 7 dnů	4,6	3,3	0
za 14 dnů	4,3	2,7	2
za 21 dnů	4,8	2,6	3
za 28 dnů	3,6	2,7	10
za 56 dnů	4,1	2,8	12
za 84 dnů	3,8	2,7	14

⁺ Hodnota lepidlosti je udána v počtech slepených kusů vzorků PVB fólie $6 \times 8 \text{ cm}$. Pro tloušťku $0,8 \text{ mm}$ se zatíží 15 těchto vzorků na sobě 300 gramy na dobu 2 hodin. Potom se za rožek pinzetou odlupují jednotlivé vzorky. Zkouška se ukončí, když se vzorek neoddělí od ostatních. Jedná se o zkoušku dohodnutou mezi výrobcem a zpracovatelem fólie. U fólie tloušťky $0,8 \text{ mm}$ jsou vyhovující všechny hodnoty lepidlosti nižší než 9 ks.

Tabulka ukazuje mírný pokles u hodnot povrchové struktury R_a , avšak prudký a nežádoucí nárůst hodnot lepidlosti, který po 28 dnech dosahuje nevyhovující hodnoty.

Použití takové separační fólie při výrobě polyvinylbutyralových fólií není možné, neboť by u zpracovatele způsobovaly velké problémy při technologické manipulaci.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Použití fólie z polyetylenu o tloušťce do 25 μm jako separační fólie při výrobě polyvinylbutyralových fólií, pro vrstvená bezpečnostní skla, s řízenou kvalitou povrchové struktury, která je charakterizována hodnotami R_a v rozsahu 2 až 8 μm .