

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

304 570

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2002-2725**
(22) Přihlášeno: **31.01.2001**
(30) Právo přednosti:
09.02.2000 FR 0001611
(40) Zveřejněno: **12.03.2003**
(Věstník č. 3/2003)
(47) Uděleno: **04.06.2014**
(24) Oznámení o udělení ve věstníku:
16.07.2014
(Věstník č. 29/2014)
(86) PCT číslo: **PCT/FR2001/000297**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 2001/058825**

C04B 26/26 (2006.01)
C04B 14/42 (2006.01)
C04B 16/06 (2006.01)
C04B 111/27 (2006.01)
C04B 111/60 (2006.01)
D21H 13/40 (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:

GB 1 517 595 A; EP 299 536 A; JP 7 052 299 A; JP 6 248 557 A; EP 763 505 A; CZ 285 746 B6.

(73) Majitel patentu:
SAINT-GOBAIN VETROTEX FRANCE S. A.,
Chambéry, FR

(72) Původce:
Michel Droux, La Ravoire, FR

(74) Zástupce:
JUDr. Miloš Všečka, Hálkova 2, 120 00 Praha 2

(54) Název vynálezu:
**Skleněná fólie a její použití pro nepropustné
krytiny**

(57) Anotace:
Vynález se týká fólie na bázi vláken, použitelné pro výrobu bituminózních membrán, zahrnující skelní vlákna, organická vlákna a pojivo, přičemž organická vlákna mají míru smrštění při 130 °C menší nebo rovnou 5 %.
Vynález se rovněž týká bituminózní membrány, zahrnující substrát potřený, potažený nebo napuštěný bituminózní základní hmotou, ve které je substrátem výše uvedená fólie. Fólie a membrána jsou použitelné pro výrobu krytí a/nebo těsnění.

CZ 304570 B6

Skleněná fólie a její použití pro nepropustné krytiny

Oblast techniky

5

Předkládaný vynález se týká oblasti materiálů ve fólii na bázi vláken. Obzvláště se týká skleněné fólie použitelné jako substrát pro výrobu produktů potřených, potažených nebo napuštěných bitumenem, zejména pro použití ke krytí a/nebo těsnění.

10

Dosavadní stav techniky

V oblasti krytí nebo těsnění je známo používat bituminózní membrány tak, že se aplikují na povrch určený k překrytí nebo k utěsnění. Tyto membrány jsou obecně tvořeny substrátem ve fólii, potřebným nebo napuštěným bituminózní základní hmotou.

15

Materiály ve fólii mohou být různého druhu, a obvykle se získávají z organických nebo minerálních vláken, s výhodou netkaných.

20

Mezi použitelnými materiály jsou obzvláště výhodné skleněné fólie, neboť zaručují rozměrovou stabilitu bituminózní membrány v čase.

25

Skleněné fólie je možné získat jakýmkoliv o sobě známým způsobem, obzvláště tzv. mokrou cestou, popsanou zejména v příručce „The Manufacturing Technology of Continuous Glass Fibres“, K. L. Loewenstein, Ed. Elsevier, druhé vydání, 1983, str. 315 až 317. Tento způsob, který je příbuzný papírenským technologiím, sestává z přípravy vodné suspenze nařezaných skelných vláken, nanesení vrstvičky této suspenze na filtrační výstelku, která se podrobí sání za účelem odstranění části vody z nanesené vrstvičky, aplikování směsi pojiva na vlhkou vrstvičku, vysušení fólie a zesíťování pojiva v peci, a následného zpracování fólie požadovaným způsobem. Konečný výrobek je ve formě poměrně tenké fólie (tloušťky řádově 0,2 až 0,8 mm), obvykle zabalené do rolí.

30

Pojivem je často vodná směs na bázi močovino-formaldehydové pryskyřice, přičemž tato pryskyřice má dostatečnou teplotní odolnost pro teploty používané při následném napouštění bitumenem.

35

Skleněné fólie mají ovšem nevýhodu poměrně malé pevnosti v roztržení, což snižuje pohodlnost použití a zejména to nutí uživatele činit v tomto směru opatření při manipulaci za účelem vytvoření membrány nebo jejího umístění na střeche.

40

Tuto nevýhodu mohou odstranit komplexní substráty, které spojují fólii na bázi organických vláken, která má dobrou pevnost v roztržení, a skleněnou mřížku, udělující celku rozměrovou stabilitu. Tyto komplexy, které spojují dva mezivýrobky, jsou však náročné na výrobu.

45

Vynález má za úkol navrhnout materiál na bázi skla, jehož pevnost v roztržení je zlepšena, aniž by jeho výroba byla komplikovanější než výroba obvyklé fólie.

50

EP-A-0 763 505 popisuje rohož ze skelných vláken pro výrobu bituminózní střešní krytiny, jejíž pevnost je zlepšena díky pojivu na bázi formaldehydu močoviny, upravenému samozesíťovatelnou vinylovou přísadou. V této rohoži může být menší podíl vláken, který není vyroben ze skla, přičemž je volen zejména ze skupiny organických vláken jako např. z Nylonu®, z polyesteru, z polyethylenu či z polypropylenu. Tento dokument neuvádí přesnou identifikaci těchto organických vláken, ani neobsahuje žádný konkrétní příklad, ilustrující tuto možnost.

55

Podstata vynálezu

Předkládaný vynález je založen na zjištění, že mnohá organická vlákna nejsou vhodná pro výrobu fólií a mají dokonce velmi negativní vliv na vlastnosti fólie při použití pro bituminózní krytiny, že ale velmi přesný výběr syntetických materiálů umožňuje tento nedostatek překonat.

Proto si vynález klade za úkol, poskytnou fólii na bázi vláken, použitelnou pro výrobu bituminózních membrán, zahrnující skelná vlákna a organická vlákna, spojená pojivem, vyznačující se tím, že vlákna mají míru smrštění při 130 °C menší nebo rovnou 5 %.

Upřesňuje, že výraz „skleněná fólie“ či skleněná rohož“ podle vynálezu zahrnuje materiály dobře známé odborníkovi z oboru výrobků na bázi skelných vláken. Jsou to materiály v tenké fólii, které mají v podstatě izotropní strukturu, to znamená, že v nich neexistuje převažující orientace vláken.

V praxi je možné fólii kvalifikovat pomocí „poměru izotropie“ =

$$\frac{\text{pevnost fólie v tahu ve směru stroje}}{\text{pevnost fólie v tahu v příčném směru,}}$$

který je obecně řádově 1, zejména řádově 1 až 1,5, a někdy dosahuje až hodnoty 2. Tato v podstatě náhodná orientace vláken se obecně získá tak, že se pro výrobu fólie použijí skelná vlákna ve formě nařezaných nitek, jako např. při použití výše zmíněného mokrého procesu.

Volba organických vláken podle výše uvedeného kritéria poskytuje fólii dobrou kvalitu, a obzvláště mechanickou pevnost a tepelnou odolnost, kompatibilní s pozdější aplikací impregnace bitumenem, zatímco jiná vlákna by fólii poskytovala nedostatečnou tepelnou odolnost a/nebo mechanickou pevnost.

Na prvním místě mají organická vlákna použitá pro výrobu fólie vysoký bod tání, aby se tak zabránilo jejich degradaci ve všech tepelných etapách výroby fólie, zejména při sušení a zesíťování v peci, a při použití fólie, zejména v kontaktu s bituminózním pojivem. Obecně je organický syntetický materiál volen tak, aby měl bod tání vyšší než 220 °C.

Podle vynálezu jsou vlákna vybírána v závislosti na jejich míře tepelného smrštění. Tato veličina odpovídá rozměrovým změnám, v tomto případě zkrácení, vlákna poté, co bylo vystaveno dané teplotě po vymezenou dobu. Pro její stanovení se měří počáteční délka L_i vlákna před zahříváním a potom konečná délka L_f vlákna, přičemž míra smrštění r je rovna

$$r = (L_i - L_f) / L_i \text{ (vyjádřeno v procentech).}$$

Směrodatné míry smrštění podle vynálezu jsou vyjadřovány pro teplotu 130 °C, udržovanou v prostředí páry, po dobu 30 minut.

Podle vynálezu je smrštění zvoleno menší nebo rovno 5 %, s výhodou 4 %, zejména 3 %, například řádově 2 až 3 %.

Vlákna této kvality mohou být získána ze semikrystalických polymerních materiálů, zejména takových, u nichž proces spřádání umožňuje provést tažení, které zvyšuje jejich míru krystalinity. K organizaci základních makromolekul, díky níž začne polymer, jehož struktura byla původně amorfní, získávat krystalickou strukturu a stávat se semikrystalickým, mohou vést také další podmínky výroby, jako například přítomnost nukleačních činidel nebo teplotní faktor.

Vlákna, odpovídající nárokům vynálezu, mohou být nalezena mezi polyesterovými vlákny, zejména mezi vlákny z polyalkylentereftalátu a především z polyethylentereftalátu.

Preferována jsou organická vlákna uzpůsobená pro netkané výrobní postupy mokrou cestou, která obsahují klížídlo umožňující rozptýlení jednotlivých vláken ve vodě.

Organická vlákna mohou mít různé rozměry, jejich průměr se může pohybovat v průměru řádově od 7 do 25 μm pro lineární hustotu řádově 0,5 až 2 dtex. Vlákná jsou s výhodou nařezána na délku řádově jedné nebo několika desítek milimetrů, zejména 6 až 30 mm.

Vliv organických vláken je zřetelný od 5 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti vláken. Podíl organických vláken je s výhodou řádově 5 až 30 %, zejména 20 až 30 %, obzvláště přibližně 25 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti vláken.

Jako skelná vlákna se podle vynálezu použijí běžná skelná vlákna pro výrobu fólie, s výhodou ve formě vláken nařezaných na délku řádově jedné desítky milimetrů, zejména 6 až 30 mm, s výhodou přibližně 10 až 20 mm, například 12 až 18 mm. Rozumí se, že určitý podíl vláken (například 5 až 10 %) může být nařezán na délku až 100 mm. Do fólie je ostatně možné vložit spojitě vlákno, zejména skelné vlákno, pro zpevnění v podélném směru.

Pojivo použité pro výrobu fólie je výhodně na bázi močovino-formaldehydové pryskyřice, s výhodou upravené vinylovými a/nebo akrylovými přísadami způsobem, který je známý zejména z US-4 681 802, EP-A-0 763 505. Množství pojiva zpravidla odpovídá 15 až 30 % hmotnostním sušiny vzhledem k fólii.

Fólie je vyrobena s gramáží obvyklou pro skleněné fólie, řádově 30 až 150 g/m^2 , obzvláště 50 až 120 g/m^2 .

S ohledem na rozdíl v hustotě mezi sklem a organickými vlákny je při dané gramáži množství hmoty ve fólii podle vynálezu o něco větší než množství hmoty obsažené ve fólii ze skla, což má za následek relativně větší tloušťku a/nebo menší poréznost. Poréznost je například řádově 1500 až 1900 $\text{l/m}^2\text{s}$ pro fólii s gramáží 50 g/m^2 .

Jelikož je fólie podle vynálezu obzvláště vhodná pro použití k těsnění a/nebo krytí, je předmětem vynálezu rovněž bituminózní membrána zahrnující substrát potřený, potažený nebo napuštěný bituminózní základní hmotou, která se vyznačuje tím, že substrátem je fólie, jaká byla popsána výše.

Bituminózní základní hmota může být vybrána se základních hmot, které jsou o sobě známé: přírodní, upravený nebo neupravený bitumen, nebo syntetické pojivo, jak například „světlé pojivo“, které zejména umožňuje, aby membrána získala dekorativní barvu.

Příklady provedení vynálezu

Následující příklady, uvedené aniž by omezovaly rozsah vynálezu, blíže vysvětlují vynález.

Příklad 1

Připraví se vodná suspenze vláken, ve které vlákna obsahují:

- 75 % hmotnostních nařezaných vláken skla E, majících průměr vláken 10 μm a lineární hustotu 360 tex, která jsou nařezána na délku 12 mm,
- 25 % hmotnostních nařezaných polyesterové nitě, vyráběné společností KURARAY pod označením EP 133, upravené pro papírenské postupy, rozptýlitelné ve vodě. Tato nit se vyznačuje průměrem vláken 12 μm a lineární hustotou 1,4 dtex, a je nařezána na délku 15 mm. Jedná se o polyethylentereftalátovou nit, taženou pro zvýšení její krystalinity, která má míru smrštní

řádově 2 % při 130 °C ve vlhkém prostředí při 30 minutovém působení, a míru smrštění 3 % při 170 °C v suchém prostředí při 15–ti minutovém působení.

5 Suspenze vláken, obsahující rovněž další obvyklé přísady, totiž odpeňovací prostředky, disperzní činidla, modifikátory viskozity, atd., se zpracovává za standardních podmínek na zařízení pro výrobu fólií, zahrnujícím (i) hydroformer, na němž je vytvářena částečně odvodněná vlhká vrstvička, (ii) místo aplikace pojiva rozprášením, potřením (zařízení zvané „clonová nanášedka“ nebo „curtain coater“) nebo průchodem přes vodnou směs na bázi močovino–formaldehydové pryskyřice změkčené octanem a akrylovou pryskyřicí, kde se na fólii nanáší množství pojiva, 10 odpovídající 19 % hmotnostním sušiny vzhledem k hmotnosti fólie, (iii) sušicí a zesíťovací pec s několika teplotními oblastmi od 135 do 215 °C, kterou fólie prochází s průměrnou dobou ponechání řádově 30 sekund, s výhodou mírně pod 30 sekund.

15 S výrobou fólie nejsou spojeny žádné problémy a získaná fólie má gramáž 50 g/m², tloušťku 0,3 mm a poréznost 1580 l/m²s.

Na této fólii byly provedeny zkoušky mechanické pevnosti při teplotě prostředí, a při vysoké teplotě, jejich výsledky uvádí níže Tabulka 1.

20 Pevnost v tahu

Ze vzorku fólie se vystříhne 10 zkušebních vzorků v podélném směru a 10 zkušebních vzorků v příčném směru, které jsou široké 50 mm a dlouhé 250 mm. Zkušební vzorek se upevní mezi čelisti stroje pro zkoušky tahem a spustí se zařízení pro pohánění pohyblivé svorky, dokud se vzorek nepřetrhne: potom se zaznamenají hodnoty pevnosti v přetrhu (v newtonech) a poměrného 25 prodloužení při přetržení (v procentech z nominální délky).

Provede se rovněž měření pevnosti v tahu při 250 °C při stálém zatížení, které je rovno 10 % dříve naměřené hodnoty pevnosti, přičemž se měří čas potřebný k přetržení vzorku.

30 Pevnost v roztržení

35 Ze vzorku fólie se vystříhne 10 zkušebních vzorků v podélném směru a 10 zkušebních vzorků v příčném směru, které jsou široké 50 mm a dlouhé 100 mm. Na každém zkušebním vzorku se provede čistý řez o délce 50 mm, který vychází z okraje kratší strany v polovině vzdálenosti mezi delšími stranami a je rovnoběžný s delšími stranami. Na stroji pro zkoušky tahem se nastaví vzdálenost mezi čelistmi tak, aby byla rovna 50 mm, mezi čelisti se upevní zkušební vzorek a spustí se dynamometr, přičemž rychlost stoupání je nastavena na 100 mm/min. Zaznamená se maximální zatížení (v N), když se zkušební vzorek zcela roztrhne na dvě části. Pevnost v roztržení je vyjádřena jako průměr z deseti měření.

45 Rozměrová stabilita a mechanické vlastnosti fólie z příkladu 1 jsou velmi uspokojivé. Fólie byla zpracována na plynulé výrobní lince na bituminózní membránu tak, že byla napuštěna horkým bitumenem o teplotě přibližně 200 °C, přičemž měla dobrou schopnost napouštění a membráně dokonce poskytla velmi pěkný vzhled.

Srovnávací příklad 1

50 Způsobem uvedeným v příkladu 1 se vyrobí fólie, ovšem výlučně na bázi skelných vláken. Fólie má gramáž 50 g/m², obsah pojiva odpovídající 24 % hmotnostním sušiny vzhledem k hmotnosti fólie, tloušťku 0,3 mm a poréznost 2000 l/m²s. Tato fólie se vystaví stejným mechanickým zkouškám jako fólie z příkladu 1.

Srovnávací příklad 2

5 Zopakuje se příklad 1, ovšem s použitím organických vláken, která nesplňují kritéria daná vynálezem. Jedná se o polyesterová vlákna prodávaná společností TERGAL FIBRES pod označením „1,6 dtex T110 mi-mat coupé“ (1,6 dtex T110 polomatná nařezaná), která jsou rovněž rozptýlitelná ve vodě, charakterizovaná lineární hustotou 1,6 dtex, nařezaná na délku 12 mm a která mají míru smršťení při 130 °C v prostředí páry 7 %.

10 Vyrobí se fólie, která má gramáž 50 g/m², obsah pojiva 24 % hmotnostních, tloušťku 0,3 až 0,4 mm a poréznost 1700 l/m²s.

Při výrobě vznikají problémy na konci linky, neboť na výstupu z pece lze pozorovat tvorbu záhybů, které mohou být připsány na vrub tepelnému smršťování organického vlákna.

15 Jak je vidět z výsledků mechanických zkoušek, fólie má malou mechanickou pevnost, zhoršenou ve srovnání s běžnou skleněnou fólií. Zejména lze říci, že fólie má velmi zvýšenou anizotropii. A dále fólie nemá žádnou mechanickou pevnost při 250 °C.

20 Tato fólie tedy není vhodná pro výrobu bituminózních membrán.

Tabulka 1

	Př. 1	Srov. př. 1	Srov. př. 2
PEVNOST V TAHU			
Podélný směr (N/5 cm)	214	165	150
Příčný směr (N/5 cm)	133	93	70
Anizotropie	1,6	1,7	2,1
Prodloužení (%)	1,9	1,1	1,2
PEVNOST V ROZTRŽENÍ			
Podélný směr (N)	3,0	1,5	3,2
Příčný směr (N)	3,5	1,7	3
PEVNOST PŘI 250 °C	> 4 min	> 4 min	0
TVORBA ZÁHYBŮ na lince	Ne	Ne	Ano

25 Vynález byl podrobně popsán na příkladu výroby fólie o určité konkrétní gramáži mokrou cestou pro použití ve výrobě bituminózních membrán. Avšak rozumí se, že vynález se na toto provedení neomezuje a zahrnuje zejména další způsoby výroby fólie (suchou cestou), další třídy fólií, zpevněných případně spojitými skelnými vlákny, jakož i další výrobky použitelné ke krytí a/nebo těsnění.

30

PATENTOVÉ NÁROKY

- 5 1. Fólie na bázi vláken, použitelná pro výrobu bituminózních membrán, zahrnující skelná vlákna, organická vlákna a pojivo, získaná z vodné suspenze nařezaných skelných a organických vláken, **vyznačující se tím**, že organická vlákna mají, pro teplotu 130 °C vytvořenou v prostředí páry nebo ve vlhkém prostředí po dobu 30 minut, míru smrštění menší nebo rovnou 5 %.
- 10 2. Fólie podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že organická vlákna mají míru smrštění při 130 °C menší nebo rovnou 3 %.
- 15 3. Fólie podle nároku 1 nebo 2, **vyznačující se tím**, že organická vlákna jsou na bázi semikrystalického polymeru.
4. Fólie podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že organickými vlákny jsou polyesterová vlákna, zejména z polyethylentereftalátu.
- 20 5. Fólie podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že organická vlákna obsahují klíždlo umožňující rozptýlení jednotlivých vláken ve vodě.
6. Fólie podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že podíl organických vláken je řádově 5 až 30 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti vláken.
- 25 7. Fólie podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že obsah pojiva je řádově 15 až 30 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti fólie.
- 30 8. Fólie podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačující se tím**, že má gramáž 30 až 150 g/m².
9. Bituminózní membrána zahrnující substrát potřený, potažený nebo napuštěný bituminózní základní hmotou, **vyznačující se tím**, že substrátem je fólie podle kteréhokoliv z předcházejících nároků.
- 35

40

Konec dokumentu
