



Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

⑫ **FASCICULE DU BREVET** A5

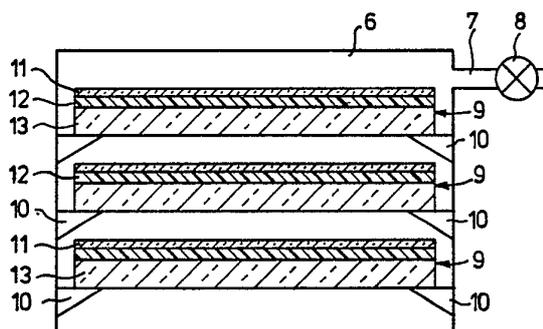
<p>⑰ Numéro de la demande: 2385/82</p> <p>⑳ Date de dépôt: 20.04.1982</p> <p>⑳ Priorité(s): 24.04.1981 GB 8112722</p> <p>㉔ Brevet délivré le: 30.09.1985</p> <p>④⑤ Fascicule du brevet publié le: 30.09.1985</p>	<p>⑦③ Titulaire(s): Glaverbel, Bruxelles (BE)</p> <p>⑦② Inventeur(s): Mertens, Guy, Namur (BE) Laroche, Pierre, Ham-sur-Heure (BE)</p> <p>⑦④ Mandataire: A. Braun, Braun, Héritier, Eschmann AG, Patentanwälte, Basel.</p>
--	--

⑤④ **Procédé de solidarisation d'une feuille de matière vitreuse à une autre feuille.**

⑤⑦ On décrit un procédé de solidarisation d'une première feuille (11) en matière vitreuse, à une seconde feuille (13) par l'intermédiaire d'adhésif.

On forme un ensemble (9) constitué de ces deux feuilles (11, 13) et d'une masse intermédiaire d'adhésif (12) ayant une épaisseur de 250 µm au plus et une viscosité comprise entre 1,5 et 30 Pa.sec. Cet ensemble est dégazé à pression subatmosphérique avant durcissement de l'adhésif.

Ce procédé convient tout particulièrement à la formation de miroirs feuilletés, par exemple des miroirs comprenant une feuille de verre mince et une feuille métallique utilisés comme réflecteurs solaires.



RENDICATIONS

1. Procédé de solidarisation d'une première feuille, de matière vitreuse, à une deuxième feuille par l'intermédiaire d'adhésif, caractérisé en ce que l'on forme un ensemble constitué des deux dites feuilles et d'une masse intermédiaire d'adhésif ayant une épaisseur de 250 µm au plus et une viscosité comprise entre les limites de 1,5 et 30 Pa·s, l'adhésif étant choisi parmi les adhésifs qui durcissent à chaud ou à froid, ou par évaporation de solvant, en ce que cet ensemble subit un dégazage en le soumettant à une pression inférieure à la pression atmosphérique à une température telle que la viscosité de l'adhésif est maintenue entre lesdites limites, et en ce que l'on soumet ensuite l'ensemble à la pression atmosphérique et l'on fait ou laisse durcir l'adhésif.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la première feuille, en matière vitreuse, est une feuille mince ayant une épaisseur de 3 mm au plus, et de préférence de 1,5 mm au plus et, pendant le dégazage, l'ensemble est disposé substantiellement horizontalement avec ladite feuille mince, en matière vitreuse, située vers le haut.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'ensemble est soumis à une pression de dégazage inférieure à 66,6 kPa, par exemple inférieure à 40 kPa et de préférence inférieure à 400 Pa.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la masse d'adhésif a une épaisseur de 150 µm au plus, et de préférence de 80 µm au plus.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la masse d'adhésif comprend une couche revêtant chaque feuille.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la viscosité de l'adhésif se situe entre les limites de 4 à 7 Pa·s.

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'adhésif est un adhésif époxy.

8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la seconde feuille est une feuille métallique.

9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la feuille de matière vitreuse porte un revêtement formant miroir.

10. Panneau feuilleté solidarisé par un procédé selon l'une des revendications 1 à 9.

La présente invention concerne un procédé de solidarisation d'une première feuille, de matière vitreuse, à une deuxième feuille par l'intermédiaire d'adhésif.

Dans les techniques les plus largement répandues de solidarisation de feuille de matière vitreuse à une autre feuille, par exemple à une autre feuille de matière vitreuse, les deux feuilles sont assemblées de part et d'autre d'un film de matière plastique et l'ensemble subit un dégazage et est soumis à des conditions de solidarisation ferme. Le film plastique le plus généralement utilisé est un film de polyvinylbutyral qui est facilement disponible en feuilles de 0,38 mm d'épaisseur. On peut utiliser une ou plusieurs épaisseurs de ce film comme couche intercalaire adhésive selon la nécessité. D'autres matières utilisées sous forme de film sont le chlorure de polyvinyle et le polyuréthane.

Quoique de tels panneaux feuilletés conviennent parfaitement pour différents usages, on rencontre des problèmes dans certaines applications particulières où une haute adhérence est requise. Le problème apparaît parce que, au cours du temps et malgré le dégazage que subit l'ensemble avant sa solidarisation, des bulles de gaz peuvent apparaître dans le film plastique utilisé. Le décollage peut aussi se produire. Le cas se présente particulièrement lorsque le panneau feuilleté est exposé au rayonnement solaire direct pendant des périodes prolongées.

Un des objets de la présente invention est d'obvier à ce problème.

La présente invention fournit un procédé de solidarisation d'une première feuille, de matière vitreuse, à une deuxième feuille par l'intermédiaire d'adhésif, caractérisé en ce que l'on forme un ensemble constitué des deux dites feuilles et d'une masse intermédiaire d'adhésif ayant une épaisseur de 250 µm au plus et une viscosité comprise entre les limites de 1,5 et 30 Pa·s, l'adhésif étant choisi parmi les adhésifs qui durcissent à chaud ou à froid, ou par évaporation de solvant, en ce que cet ensemble subit un dégazage en le soumettant à une pression inférieure à la pression atmosphérique à une température telle que la viscosité de l'adhésif est maintenue entre lesdites limites, et en ce que l'on soumet ensuite l'ensemble à la pression atmosphérique et l'on fait ou laisse durcir l'adhésif.

La mise en œuvre de la présente invention permet de postposer et même d'éviter l'apparition de bulles dans la couche d'adhésif. L'utilisation d'une masse d'adhésif de 250 µm d'épaisseur ou moins et son application sous forme fluide facilitent le dégazage. Les limites de viscosité sont choisies, d'une part, pour faciliter l'application uniforme d'adhésif et, d'autre part, pour assurer que l'adhésif lui-même ne s'écoule pas d'entre les feuilles pendant le dégazage.

La présente invention offre les avantages particuliers d'une plus grande facilité pour éviter l'emprisonnement d'air à l'intérieur du panneau pendant sa solidarisation, de l'utilisation d'une large gamme de matières adhésives et d'une grande facilité de manipulation des constituants du panneau (y compris l'adhésif) avant l'assemblage.

L'invention est particulièrement appréciable lorsque la première feuille, en matière vitreuse, est une feuille mince ayant une épaisseur de 3 mm au plus, et de préférence de 1,5 mm au plus, parce que la fragilité d'une feuille mince, spécialement si elle n'est pas trempée, impose des restrictions des conditions de solidarisation auxquelles elle peut être soumise. Lorsqu'on utilise une telle feuille mince de matière vitreuse, on préfère que, pendant le dégazage, l'ensemble soit disposé substantiellement horizontalement avec ladite feuille mince, en matière vitreuse, située vers le haut. Le poids d'une telle feuille mince n'est pas trop élevé, de sorte que la matière adhésive ne sera pas chassée par compression d'entre les feuilles, et le faible poids de la feuille permet également un dégazage très efficace. Pour certains adhésifs, spécialement les adhésifs à base de solvant, le dégazage peut être tel qu'il provoque un moussage de l'adhésif dû à l'élimination de vapeur de solvant ou d'autres gaz à l'intérieur de la masse d'adhésif. Lorsque la pression est ramenée à la pression atmosphérique, la mousse s'affaisse pour former une masse présentant une propension remarquablement faible à dégager des bulles pendant son vieillissement. Dans ces circonstances, on a trouvé très souhaitable de permettre à la mousse d'adhésif de gonfler, ce qui est permis par le poids relativement faible d'une telle feuille de matière vitreuse mince.

La pression de dégazage à laquelle l'ensemble est soumis est de préférence inférieure à 66,6 kPa. Elle peut par exemple être inférieure à 40 kPa. Le dégazage peut être très efficace sous ces pressions. On a trouvé en fait que la pression optimale de dégazage dépend en partie de la dimension des feuilles et que la pression optimale est d'autant plus faible que les feuilles sont plus grandes. De ce fait, selon certaines formes de réalisation de l'invention, on préfère que l'ensemble soit soumis à une pression de dégazage inférieure à 400 Pa.

De préférence, la masse d'adhésif a une épaisseur de 150 µm au plus, et de préférence de 80 µm au plus. L'avantage de ces caractéristiques est d'offrir un dégazage particulièrement efficace de l'adhésif.

L'adhésif peut être appliqué de différentes manières, par exemple par revêtement à la brosse ou au rouleau, par pulvérisation ou par mur-rideau, mais on préfère appliquer l'adhésif par sérigraphie, puisque cette manière de travailler permet l'obtention de couches particulièrement uniformes de façon simple et rapide.

De préférence, la masse d'adhésif comprend une couche revêtant chaque feuille, car cela favorise l'efficacité de la solidarisation.

L'assemblage des différents constituants de l'ensemble est facilité lorsque la viscosité de l'adhésif se situe entre les limites de 4 et 7 Pa·s, ainsi qu'on le préfère.

On peut utiliser, selon l'invention, différents types d'adhésifs, par exemple des prépolymères liquides et des solutions de polymères telles que des solutions de résines acryliques ou de polyuréthane, mais l'adhésif utilisé de préférence est un adhésif époxy.

L'invention convient spécialement à la solidarisation de la première feuille de matière vitreuse à une feuille métallique, par exemple pour former un réflecteur. Dans un tel cas, la surface réfléchissante formant miroir dans l'ensemble feuilleté peut être constitué d'une face de la feuille métallique. En variante, la première feuille de matière vitreuse porte un revêtement formant miroir.

Des formes préférées de réalisation de l'invention seront maintenant décrites en se référant aux dessins schématiques annexés dans lesquels:

la fig. 1 montre en section transversale un ensemble avant son laminage,

la fig. 2 illustre l'étape de dégazage, et

la fig. 3 montre en section transversale un panneau terminé.

La fig. 1 montre en section transversale une première feuille 1 de matière vitreuse portant une couche d'adhésif 2, disposée au-dessus d'une seconde feuille 3 également de matière vitreuse et portant également une couche d'adhésif (indiquée en 4). Les couches d'adhésif 2 et 4 constituent ensemble une masse d'adhésif 5 destinée à solidariser l'ensemble terminé sous forme de panneau feuilleté. L'adhésif utilisé pour former les revêtements 2 et 4 a une viscosité comprise entre 1,5 et 30 Pa·s, de préférence entre 4 et 7 Pa·s, et l'ensemble des deux couches a une épaisseur inférieure ou égale à 250 µm, de préférence inférieure à 150 µm.

La fig. 2 illustre une chambre à vide que l'on peut évacuer au moyen d'une canalisation 7 pourvue d'une vanne 8. La chambre 6 contient plusieurs ensembles 9 supportés chacun horizontalement sur un râtelier 10. Chaque ensemble consiste en une première feuille de matière vitreuse 11 en dessous de laquelle se trouve une seconde feuille 13, et une masse d'adhésif 12 est prise en sandwich entre ces feuilles. Les premières feuilles supérieures sont constituées de verre mince, par exemple du verre de 3 mm d'épaisseur ou moins, et de préférence de moins de 1,5 mm d'épaisseur. L'adhésif formant les masses 12 est par exemple un adhésif contenant un solvant appliqué initialement sous la forme d'une couche inférieure à 150 µm d'épaisseur, par exemple de 80 µm d'épaisseur ou moins. Afin de les dégazer avant solidarisation, les ensembles 9 sont introduits dans la chambre 6 et celle-ci est ensuite évacuée au moyen de la canalisation 7 jusqu'à une pression appropriée inférieure à la pression atmosphérique. Une telle pression est de préférence inférieure à 66,6 kPa et peut être inférieure à 40 kPa. Pendant le dégazage, la masse d'adhésif 12 peut mousser; en raison de la légèreté de la feuille supérieure 11, cette mousse peut gonfler, mais elle s'affaissera avant le rétablissement de la pression atmosphérique, ou lors de celui-ci, par ouverture de la vanne 8 de la canalisation 7 après le dégazage. Après le dégazage, on fait ou laisse durcir la masse d'adhésif pour solidariser les ensembles 9. Les feuilles 13 peuvent être constituées de verre ou de métal.

La fig. 3 illustre un miroir feuilleté 14 constitué d'une première feuille mince 15 de matière vitreuse portant un revêtement 16 formant miroir solidarisée à une seconde feuille 17 de verre ou de métal au moyen d'une masse d'adhésif 18.

Exemple 1:

Un panneau réflecteur solaire mesurant 100 × 75 cm est réalisé par feuilletage d'une feuille de verre argentée de 0,8 mm d'épaisseur et d'une feuille d'acier galvanisé de 1,0 mm d'épaisseur. Dans une variante, la feuille de verre est trempée chimiquement. 150 g d'adhésif époxy sont appliqués en couche uniforme au moyen d'un écran de soie, moitié sur la face argentée de la feuille de verre et moitié sur une face de la feuille d'acier. Si on le désire, la feuille d'acier peut

être préalablement revêtue d'une couche d'accrochage. La composition de l'adhésif est la suivante (parts en poids):

Base époxy:	
Epon 85 (marque commerciale) de Shell Chemical Co.	70 parts
Durcisseur:	
Versamid 140 (marque commerciale) de General Mills Co. (polyaminopolyamide)	30 parts
Hycar (marque commerciale de B.F. Goodrich (butadiène-acrylonitrile à amine terminale))	10 parts
Viscosité à 25° C	environ 6 Pa·s

L'épaisseur totale de chaque couche d'adhésif est 75 µm.

Les feuilles revêtues d'adhésif sont assemblées verticalement et ensuite déposées horizontalement dans une chambre à vide, la feuille de verre vers le haut. La pression à l'intérieur de la chambre est réduite jusqu'à une valeur comprise entre 266,6 et 400 Pa pendant 15 à 30 min à la température ambiante pour dégazer l'ensemble, et on laisse ensuite revenir la pression à la pression atmosphérique en 2 à 3 min. On laisse ensuite durcir l'ensemble dégazé pendant 12 h à la température ambiante et ensuite on achève le durcissement pendant 1 h à 70° C. En variante, l'achèvement du durcissement à température élevée est omis. Dans ce cas, l'adhésif durcit à la température ambiante en 24 h.

Exemple 2:

Un autre panneau réflecteur approximativement de la même surface est réalisé au moyen d'un miroir de verre de 1 mm d'épaisseur et d'une feuille métallique également de 1 mm d'épaisseur. Des couches d'adhésif de 30 µm d'épaisseur chacune sont appliquées sur la face du miroir qui est argentée et protégée par peinture, et sur la feuille métallique éventuellement revêtue d'une couche d'accrochage. L'adhésif utilisé est à base de résine époxy Epikote (marque commerciale de Shell Chemical Company). La composition effective de l'adhésif utilisé est la suivante (parts en poids):

Epikote 828	100 parts
Talc (charge)	80 parts
DTA (également de Shell) (durcisseur)	11 parts

et une quantité suffisante de diméthoxyméthane comme solvant pour donner au mélange une viscosité d'environ 20 Pa·s à 25° C. L'adhésif est étalé sur les faces des feuilles au moyen d'un fil spiralé.

Les feuilles sont assemblées horizontalement et soumises à une étape de dégazage similaire à celle de l'exemple 1 à la température ambiante; on laisse ensuite durcir l'adhésif à la température ambiante.

Si on le désire, le diméthoxyméthane peut être remplacé par du chlorure de méthylène ou un solvant aromatique à bas point d'ébullition.

En variante, on peut citer comme durcisseur le Versamid 125 (marque commerciale).

Exemple 3:

Un miroir en verre de 0,8 mm d'épaisseur est assemblé par feuilletage à une feuille de verre de 5 mm d'épaisseur au moyen d'un adhésif époxy commercialisé par Ciba-Geigy ayant la composition suivante (parts en poids):

Araldite AZ 135 (marque commerciale)	100 parts
HZ 15 (durcisseur)	30 parts

Cette qualité d'Araldite est une solution ayant une viscosité de 2,5-3 Pa·s à 25° C et le durcisseur a une viscosité de 0,003-0,006 Pa·s à la même température. La viscosité du mélange peut si nécessaire être ajustée au moyen d'acétone comme solvant.

Des couches de 50 µm d'épaisseur sont pulvérisées sur la face du miroir de verre revêtue de la couche formant miroir et sur une face de la feuille de verre plus épaisse. Avant l'assemblage, les couches d'adhésif sont préséchées pour enlever du solvant. Cette opération est effectuée en soumettant les feuilles à une température de 100° C

pendant 10 min en prenant soin que cela n'accroisse pas la viscosité de l'adhésif au-dessus de 30 Pa · s.

Les feuilles sont ensuite assemblées l'une avec l'autre et placées horizontalement dans une chambre à vide, la feuille portant le revêtement formant miroir placée vers le haut. La pression dans la chambre est ensuite réduite à 266,6-400 Pa pendant 5 à 10 min,

tandis que la température de l'enceinte est maintenue à 100° C, de manière à dégazer la couche d'adhésif.

Après rétablissement de la pression ambiante, l'ensemble dégazé⁵ est traité à 160° C pendant 1 ½ h pour effectuer le durcissement de l'adhésif.

FIG.1

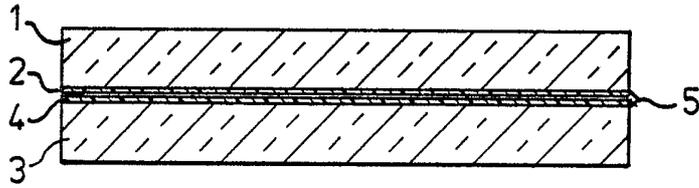


FIG.2

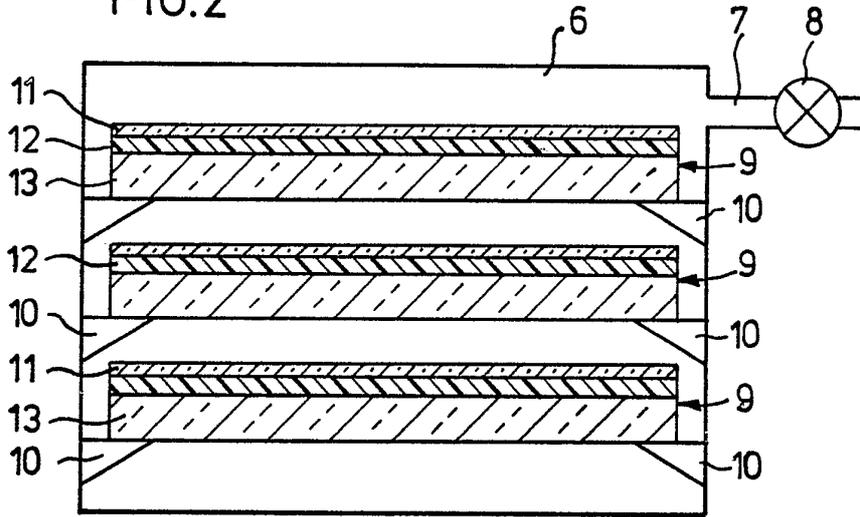


FIG.3

