(19) SUOMI - FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 801844 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS**
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE PUBLIC

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application 801844

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation - International patent classification (IPC^4)
C03C 27/12

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **28.10.1977**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **09.06.1980**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **01.01.1981**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

30.10.1976 DE P_2650118.8
30.10.1976 DE P_2650119.9
30.10.1976 DE P_2650120.2

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • **Dynamit Nobel Aktiengesellschaft,** Postfach 1209, 5210 Troisdorf, SAKSA, (DE)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • **Beckmann, Rolf,** BRD, SAKSA, (DE)
2 • **Knackstadt, Wilhelm,** TOWN UNKNOWN, SAKSA, (DE)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention
Kerrosturvalasi.

Lamellsäkerhetsglas.

(62) Jakamalla erotettu hakemuksesta - Avdelad från ansökan - Divided from application: **773218**

Dynamit Nobel Aktiengesellschaft, 521 Troisdorf, Länsi-Saksa.

Kerrosturvalasi - Lamellsäkerhetsglas

Jakamalla erotettu pat.hak. 773218

DE-hakemusjulkaisusta 2549474 tunnetaan menetelmä kerrosturvalasin valmistamiseksi kiinnittämällä yksi- tai molemminpuolisesti yksi tai useampi silikaattilasilevy pehmitetyillä muovikalvoilla kohotetussa lämpötilassa silaanien avulla, jolloin muovikalvona käytetään pehmitettyä polyvinyylikloridia sisältäviä kalvoja, jotka on valmistettu suurimolekyylisista vinyylikloridihomo- ja/tai sekapolymeraateista ja/tai -oksastuspolymeraateista, ja silaaneina pii-organofunktionaalisia silaaneja mahdollisesti seoksena yhden tai useamman piiorganofunktionaalisen silaanin kanssa ja valmistetaan kerrosyhdistelmä 120° - 200°C:ssa.

Nyt on havaittu, että saadaan edullisia ominaisuuksia omaavia kerrosturvalaseja käyttämällä mainittujen polyvinyylikloridipitoisten kalvojen asemesta osa-asetalisoituja polyvinyylialkoholikalvoja.

Siten keksinnön kohteena on patenttivaatimuksen 1 mukainen kerrosturvalasi.

Keksinnön mukaisessa kerrosturvalasissa käytetään suhteellisen pehmeitä kalvoja, joiden Shore-A-kovuudet mitattuina DIN 53 505 mukaan ovat 40-98, edullisesti 50-95.

Tällaisten halutun Shore-A-kovuuden omaavien kalvojen valmistus on tunnettua. Yleensä valmistus tapahtuu sekapolymeroimalla mukana pehmittiminä toimivia monomeereja.

Pehmittävistä sekamonomeereista mainittakoon esim. vinyyliasetaatti.

Suositeltavia ovat kirkkaan läpinäkyvät kalvot, joskin kerrosturvalasien käyttötarkoituksesta riippuen voidaan myös käyttää läpinäkymättömiä kalvoja.

Keksinnön mukaisesti käyttökelpoisia silaaneja ovat:

a) Tarttumisvoimaa parantavia silaaneja tai silaaniseoksia ja/tai

b) tarttumisvoimaa vähentäviä silaaneja tai silaaniseoksia.

Pii-organofunktionaaliset silaanit parantavat yleensä tarttumisvoimaa ja piifunktionaaliset silaanit vähentävät yleensä tarttumisvoimaa.

Piifunktionaalisissa silaaneissa funktioryhmät, esim. halogeeni tai alkoksiryhmät ovat sitoutuneet suoraan piiatomiin. Yleensä tällaiset ryhmät on helposti hydrolysoitavissa.

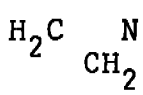
Pii-organofunktionaaliset silaanit ovat kaksifunktionaalisia. Vähintään yhden hydrolysoituvan ryhmän lisäksi, jonka on reagoitava kerrosyhdistelmässä lasipinnan kanssa, mukana on oltava vähintään yksi funktioryhmä, joka on yhden tai useamman hiiliatomin välityksellä sitoutunut piihin ja on reaktiokykyinen esim. amino- tai epoksiryhmien tai kaksoissidosten vuoksi.

Keksinnön mukaisesti sopivia pii-organofunktionaalisia silaaneja ovat esim. sellaiset, joiden yleinen kaava on

$$R_n \, Si - A_p - Z \qquad \text{I}$$
$$R'_{3-n}$$

jossa R on hydrolysoituva tähde kuten Cl tai OR" (R" = C_1-C_8-alkyylitähde, joka mieluiten sisältää 1-4 hiiliatomia ja jonka mahdollisena heteroatomina on esim. -O- tai -S-, tai asyylitähde), R' on 1-18 hiiliatomia sisältävä alkyylitähde, A on kaksiarvoinen, 1-10, mieluiten 2-6 hiiliatomia sisältävä alkyleenitähde, joka mahdollisesti voi olla haarautunut, ja Z on funktioryhmän sisältävä

tähde, jolloin funktioryhmänä voi olla esim. $-CH\text{-}CH_2$ (epoksi), $-C{\equiv}C-$, halogeeni, NR^2R^3 tai $-N-C-R^4$ (imidatsolyyli), jolloin R^2 on vety tai amino-



alkyyli, jonka alkyyliosassa on 2-8 hiiliatomia, R^3 on vety tai R^2 R^4 on vety, CH_3 tai C_2H_5, n on 1-3 ja p on 0 tai 1.

Sopivia aminosilaaneja ovat esim. sellaiset, joiden kaava on

$$NH_2 - (CH_2)_n - Si\text{-}(OR)_3 \qquad II$$

jossa n on 2-6 ja R on C_1-C_8-alkyyli (haarautunut tai suora, ketjussa mahdollisesti happiatomeja, esim. $-CH_2-CH_2-O-CH_3$-tähde). Mainittakoon esim. γ-aminopropyyli- ja etyylitrialkoksisilaanit, joissa aminoryhmän vetyatomit on mahdollisesti korvattu amino- tai polyaminoalkyylitähteellä (esim. tähteellä $(-CH_2(CH_2NHCH_2)_xCH_2)-NH_2$, x = 1-8).

Sopivia ovat myös γ-aminoetyyli-γ-oksipropyylimetyylidialkoksisilaanit ja polyaminotrialkoksisilaanit, esim. $(CH_3O)_3Si-(CH_2)-NH-CH_2-(CH_2NHCH_2)_x-CH_2NH_2$ (x = 1-8).

Sopivia iminosilaaneja ovat esim. sellaiset, joiden kaava on

$$HN(CH_2-CH_2CH_2-Si(OR)_3)_2$$

jossa R merkitsee kuten kaavassa II.

Suositeltavia ovat esim. γ-imidatsolyylipropyylitrialkoksisilaanit, joita on kuvattu esim. DE-hakemusjulkaisussa 2 420 801 ja erityisesti γ-imidatsolyylipropyylitrietoksisilaani.

Epoksiryhmiä sisältävissä silaaneissa epoksiryhmä $H_2C\text{-}CH$ (epoksi) on sitoutunut alkyleenisilyylitähteeseen joko eetteri-$(-CH_2-O-)$ tai esteriryhmän $(-CH_2-O-\overset{O}{\overset{\|}{C}}-)$ välityksellä. Mutta on myös mahdollista, että ne ovat sitoutuneet suoraan tai sykloalifaattisen renkaan välityksellä alkyleenitähteeseen tai muodostavat osan tällaisesta sykloalifaattisesta tähteestä. Tällaisten silaanien valmistusta on kuvattu DE-patenttijulkaisussa 1 061 321. Siinä mainittuja epoksiryhmiä sisältäviä silaaneja voidaan myös käyttää keksinnön mukaisesti. Erityisen sopivia, eetterisiltoja sisältäviä silaaneja ovat glysidyylioksipropyylitrimetoksi- ja trietoksisilaanit.

Esterisiltoja sisältävistä epoksisilaaneista mainittakoon yhdiste $H_2C\text{-}CH\text{-}CH_2\text{-}O\text{-}\overset{O}{\overset{\|}{C}}\text{-}(CH_2)_3\text{-}Si(OCH_3)_3$.

epoksisilaanina, jossa epoksiryhmä on osa sykloalifaattisesta renkaasta, mainittakoon β-3,4-epoksisykloheksyylietyylitrimetoksisilaani.

Mainituista yhdisteistä ovat tarttumisvoimaa parantavina piiorganofunktionaalisina silaaneina suositeltavia γ-imidatsolyylipropyylitrietoksisilaani ja γ-glysidyylioksipropyylitrimetoksisilaani.

Keksinnön mukaisesti käyttökelpoiset pii-organofunktionaaliset, tyydyttämättömiä -C=C- sidoksia sisältävät silaanit, esim. vinyyli-, propenyyli-, akryyli- tai metakryyliryhmiä sisältävät silaanit parantavat tarttumisvoimaa vain käytettäessä radikaalimuodostajien kanssa. Ilman radikaalimuodostajalisäystä tarttumisvoima ei parane, vaan saattaa vähentyäkin.

Radikaalimuodostajina voidaan käyttää olefiinisesti tyydyttämättömien yhdisteiden radikaalipolymeroinnissa tavallisesti käytettyjä yhdisteitä, mieluiten peroksideja kuten dikumyyliperoksidia.

Yleensä radikaalimuodostajien käyttömäärä on 0,01 - 1 paino-%, mieluiten 0,01-0,5 paino-% liuottimesta tai alla mainitusta lakasta laskettuna. Näiden silaanien esimerkkejä ovat vinyylitrialkoksisilaanit kuten vinyylitrimetoksisilaani, vinyylitrietoksisilaani, γ-metakryylioksipropyylitrialkoksisilaanit, erityisesti trimetoksi- tai trietoksilaani, vinyylitris-β-metoksietoksisilaani tai vinyylitriasetoksisilaani.

Haluttaessa kerrosturvalasissa silikaattilasin ja pehmeän kalvon välinen erittäin hyvä tarttuvuus käytetään keksinnön mukaisesti vain pii-organofunktionaalisia silaaneja.

Tällaisia erittäin hyvän tarttuvuuden omaavia kerrosturvalaseja voidaan käyttää rakennusalalla esim. ikkunalaseina, panssarilasina, kaide-elementteinä tai väliseinäminä.

Kerrosturvalasia, jonka määritelty tarttuvuus on keskinkertainen, käytetään liikennesektorilla esim. autojen, kisko- ja maatalousajoneuvojen, laivojen ja lentokoneiden lasiaineksena.

Näillä käyttöalueilla voidaan ko. käyttötarkoitukseen sopiva tarttumisvoima säätää vaihtelemalla silaanin laatua ja määrää. Tällöin on tietenkin otettava huomioon myös kulloinkin käytetyn, silaanikäsittelemättömän pehmeän muovikalvon tarttumisvoima. Esim. yhdistelemällä tarttumisvoimaa parantavia ja vähentäviä silaaneja tarkalleen määrätty tarttumisvoima on säädettävissä.

Mikäli silaanikäsittelemättömän kalvon tarttumisvoima määrättyyn käyttötarkoitukseen on liian suuri, voidaan esim. käyttää tarttumisvoimaa vähentävää silaania tai silaaniseosta ainoina silaanikomponentteina, esim. pii-funktionaalista silaania tai silaaniseosta.

Lasilevyn tarttumisvoima liimakalvoina käytettyihin kalvoihin määritetään ns."möhkälekokeen" mukaan. Tätä koetta on tarkemmin kuvattu DE-hakemusjulkaisussa 25 49 474.

Keksinnön mukaisesti käytetään yleistä kaavaa R'_n-Si-R_{4-n} olevia pii-funktionaalisia silaaneja, joiden kaavassa R' on samanlaisia tai erilaisia, tyydyttyneitä, mahdollisesti haarautuneita, 1-18 hiiliatomia sisältäviä alkyylitähteitä ja R on halogeeni, mieluiten kloori, tai samanlaisia tai erilaisia, tyydyttyneitä, 1-8 hiiliatomia sisältäviä alkoksiryhmiä, joissa mahdollisesti on heteroatomeja kuten -O- tai -S-, tai asyylitähde, joka on sitoutunut piiatomiin happiatomin välityksellä, ja n on 1-3, mieluiten 1.

Esimerkkeinä mainittakoon propyylitrietoksisilaani, propyylitrimetoksisilaani, isopropyylidimetoksietoksisilaani, n-butyyli- tai isobutyylitrietoksi- tai trimetoksisilaani ja isobutyylitriasetoksisilaani.

Keksinnön mukaisen menetelmän edullisessa toteuttamismuodossa silaanit tai silaaniseokset liuotetaan liuottimiin ja saatu liuos levitetään vähintään yhdelle ko. rajapinnoista upottamalla, ruiskuttamalla tai vastaavalla yksinkertaisella tavalla. Levittämisen jälkeen liuottimet poistetaan ennen yksittäiskerrosten yhdistämistä. Keksinnön mukaisesti tätä menetelmämuotoa voidaan myös käyttää muovikalvon ollessa polyvinyylibutyraalikalvo.

Tosin tunnetaan jo DE-kuulutusjulkaisusta 24 10 153, että pehmitinpitoisten, osa-asetalisoitujen polyvinyylialkoholikalvojen ja epäorgaanisten lasien välistä tarttumista voidaan säätää siten, että osa-asetalisoituun hartsiin ennen työstämistä kalvoksi tai sen aikana lisätään ennalta laskettuja määriä silaania. Tässä menetelmämuodossa silaani sekoitetaan hartsiin menefelmän erillisvaiheessa jakautuen tasaisesti koko hartsiin. Käytetään siis suhteellisen suuria määriä silaania.

Käytettäessä polyvinyylibutyraalikalvo on nyt osoittautunut, että voidaan saavuttaa vähintään yhtä hyvä tulos käsittelemällä silaanilla vain yhdistettävien kerrosten pintaa, jolloin käsittely tapahtuu liuoksen muodossa. Siten silaanin käyttömäärä on huomattavasti pienempi kuin DE-kuulutusjulkaisussa 24 10 153.

Levitettäessä silaani liuoksen muodossa rajapinnoille ja käytettäessä muovikalvoina polyvinyylibutyraalikalvoja yllättävänä lisäetuna on, että pehmitetyn polyvinyylibutyraalikalvon vesipitoisuuden vaikutus haluttuun tarttumiseen lasiin on lähes merkityksetön. On tunnettua, että polyvinyylibutyraalikalvojen tarttumiskyky lasiin vähenee vesipitoisuuden kasvaessa. Sitä vastoin vesipitoisuuden väheneminen parantaa tarttumiskykyä. Käsittelemällä polyvinyylibutyraalikalvojen pintoja tarttumiskykyä parantavien silaanien liuoksilla saavutetaan vakiotarttumisarvo laajalla alueella suuriin vesipitoisuuksiin saakka. Toisaalta käsittelemällä tarttumisvoimaa vähentävillä silaaneilla saavutetaan vakiotarttumisarvo laajalla alueella pieniin vesipitoisuuksiin saakka.

Lisäksi on tunnettua, että pehmitetyillä polyvinyylibutyraalikalvoilla on erittäin hyvä tarttumiskyky lasiin, mikä on toivottavaa rakennusalalla esim. rakenteiden ikkunalasina. Autojen tuulilasina käytettyjen kerrosturvalasien kalvon tarttumisvoimaa lasiin on sitä vastoin kontrolloidusti vähennettävä. Jos nimittäin tuulilasi rikkoutuu iskun vaikutuksesta ja tarttumisvoima on hyvin suuri, iskukeskustaan muodostuu reikä sirpaleiden määrän jäädessä vähäiseksi. Tarttumisvoiman ollessa hyvin huono kalvo tosin joustavasti pysäyttää iskun aiheuttavan, esim. putoavan esineen, mutta sirpalevaikutus on hyvin suuri. Peräänajokolarissa, jossa pään kosketus rikkoo tuulilasin, kalvon on toisaalta venymällä hitaasti vaimennettava liike-energia ja toisaalta on rikkoutuneen lasin tarttuva edelleen niin hyvin kalvoon, että vältytään vaarallisilta viiltohaavoilta. Tällä perusteella on tällaisissa tapauksissa tarttumisvoima optimaalisesti säädettävä määrättyyn möhkälearvoon, joka yleensä on 2-5.

Keksinnön mukaisesti silaaneja käytetään liuottimissa, joihin ne liukenevat hyvin ja jotka kalvokäsittelyn jälkeen haihtuvat helposti. Lisäksi liuottimien on kostutettava hyvin pehmitettyjä muo-

vikalvoja niitä liuottamatta. Nämä ominaisuudet omaavat esim. aromaattiset hiilivedyt kuten tolueeni ja ksyleeni, kevytbensiinit ja myös alempien alifaattisten karbonihappojen alemmat alkyyliesterit kuten etyyli- ja butyyliasetaatti.

Liuosten silaanikonsentraatio on 0,0001-10 paino-%, edullisesti 0,05-7,0 paino-% liuottimesta laskettuna. Pii-organofunktionaalisten silaanien käyttömäärä on yleensä 0,0001-2 paino-%, edullisesti 0,05-1,0 paino-%. Käytettäessä muovikalvoina polyvinyylibutyraalikalvoja konsentraatio on mieluiten 0,0005-5,0 paino-osaa 100 paino-osaa kohti liuotinta. Pii-funktionaalisten silaanien käyttömäärä on yleensä 1-10, edullisesti 2-7 paino-%.

Silaanien edullisessa käyttömuodossa silaania käytetään liuotettuna tai dispergoituna lakkaan. Keksinnön mukaisesti tämä käyttömuoto on myös sopiva käytettäessä muovikalvoina polyvinyylibutyraalikalvoja tai polyvinyylikloridia sisältäviä kalvoja.

Lakka-aineina tulevat kysymykseen DE-hakemusjulkaisussa 25 49 474 mainittujen lisäksi aineet, joiden lakan sideaineosa sisältää vapaita OH- ja/tai COOH-ryhmiä. Tämä parantunut vaikutus on erityisen selvä käytettäessä epoksidiryhmäpitoisia silaaneja.

Reaktiokykyisen ryhmän sisältävänä sideaineena mainittakoon DE-hakemusjulkaisun 25 49 474 vinyylikloridin ja vinyyliasetaatin osaksi saippuoitu sekapolymeraatti. Lisäksi tulevat kysymykseen esim. seuraavat sekapolymeerit: vinyylikloridi-hydroksialkyyliakrylaatti, vinyylikloridi-vinyyliasetaatti-tyydyttämättömät karbonihapot (esim. maleiini-, akryyli- tai metakryylihappo) tai vinyylikloridityydyttämätön karbonihappoalkyyliesteri- tyydyttämättömät karbonihapot.

Koska reaktiokykyiset ryhmät ja erityisesti COOH-ryhmä vaikuttavat valon- tai lämmönkestävyyteen, on edullista yhdistää tällaisia sekapolymeraatteja ja muita reagoimattomia sideaineita edellyttäen, että jälkimmäiset sopivat yhteen reaktiokykyisten sekapolymeerien kanssa.

Reagoimattomina sideaineina mainittakoon täydentävästi esim. vinyylikloridi-vinyyliasetaatin ja vinyylikloridi-karbonihappoalkyyliesterien sekapolymeerit sekä klooratut luonnon- ja keinokumit.

Silaanipitoisten lakojen haihtumattomiin aineosiin kuuluvat reaktiokykyisten ja/tai reagoimattomien polymeerien lisäksi myös pehmittimet, stabilisaattorit ja muut apuaineet. Pehmittimien laatua ja määrä riippuvat pehmitetyistä muovikalvoista. Silaanipitoisen lakan haihtumattomien aineosien summa on 1,0-20,0 paino-%, edullisesti 2,0-15,0 paino-%.

Kuten asiantuntija tietää tulevat lakkojen haihtuvina aineosina kysymykseen orgaaniset liuottimet tai liuotinseokset, joihin haihtumattomat aineosat liukenevat läpinäkyvinä ja jotka jättävät läpinäkyvän kalvon. Pehmitinmäärä voi olla 10-65 paino-osaa 100 paino-osaa kohti polymeraattia.

Käytettäessä muovikalvoina polyvinyylibutyraalikalvoja erityisen hyvä sideaine on pehmitetty polyvinyylibutyraali, joka mieluiten vastaa käytetyn pehmitetyn polyvinyylibutyraalikalvon koostumusta. Periaatteessa voidaan kuitenkin käyttää muitakin yllä mainittuja kalvon muodostavia sideaineita. Tällöin on etuna, että ne sisältävät vapaita OH- tai COOH-ryhmiä.

Lakkojen silaanipitoisuus on 0,0001 - 7 paino-%, edullisesti 0,0005-5 paino-% lakkasysteemistä laskettuna. Pii-organofunktionaalisten silaanien käyttömäärä on yleensä 0,0001-2 paino-%, edullisesti 0,0005-1 paino-%. Pii-funktionaalisten silaanien käyttömäärä on yleensä 0,5-7, edullisesti 1-5 paino-%. Käytettäessä muovikalvoina polyvinyylibutyraalikalvoja silaanipitoisuus on 0,0001-2,0 paino-%, edullisesti 0,0005-1,0 paino-% silaanipitoisesta lakasta laskettuna.

Käytettäessä epoksidiryhmäpitoisia silaaneja näiden määrä lakassa on 0,01-5 paino-%, edullisesti 0,01-2 paino-%. Aminoryhmäpitoisten silaanien määrä on 0,0001-2 paino-%, edullisesti 0,0005-1 paino-%.

Silaanien käyttö yllä mainittujen ryhmien polymeereista valmistetuss lakassa mahdollistaa myös halutun tarttumisarvon ohjatun säädön tarttumisasteikon keskialueella. Kun sideaineessa ei ole OH- tai COOH-ryhmiä, pii-organofunktionaalisia epoksidiryhmiä sisältävä silaani ei käytännössä vaikuta möhkälearvoon. Mutta sideaineen sisältäessä pieniäkin määriä OH- tai COOH-ryhmäpitoista polymeeria lakassa oleva pii-organofunktionaalisia epoksiryhmiä sisältävä silaani lisää möhkälearvoa. Lakan silaanimäärän pysyessä vakiona voidaan tällä tavoin jopa säätää määrätty ja haluttu tart-

tumisarvo vaihtelemalla reagoimattomien ja reaktiokykyisten sideaineiden määrää.

Keksinnön mukaisen kerrosturvalasin valmistuksessa silaaniliuokset levitetään yksittäiskerrosten vähintään yhdelle rajapinnalle, jolloin pehmitetyt muovikalvot johdetaan esim. suoraan telalta määrätyn silaanipitoisuuden omaavan liuoksen läpi ja tämän jälkeen liuotin haihdutetaan. Näin käsitellyt kalvot eivät ole tahmeita ja niitä voidaan käsitellä kuten käsittelemättömiä kalvoja.

Lisäksi keksinnön mukaisen kerrosturvalasin valmistuksessa on myös mahdollista käsitellä kalvojen asemasta silikaattilasilevyjä samalla tai vastaavalla tavalla. Haittana on tosin, että liuottimen haihduttua silaani on kosteana kalvona silikaattipinnalla. Tällöin silaani mahdollisesti voidaan polttaa kiinni sopivalla lämpökäsittelyllä.

Tässä tapauksessa on kuitenkin edullisempaa käyttää liuottimeen liuotettua silaania ja lakkasideainetta. Silaanipitoinen lakka levitetään yksi- tai molemminpuolisesti silikaattilasipinnoille ohuesti esim. upottamalla tai ruiskuttamalla, jolloin lakan kuivuttua muodostuu organofiilinen silikaattilasipinta. Lakan levittäminen voi tapahtua jatkuvatoimisesti esim. ruiskuttamalla, pyyhkäisyterällä tai painamalla. Tämän jälkeen kuivataan läpikulku-uunissa.

Silaanipitoinen lakka voidaan myös levittää keksinnön mukaisesti käytetylle muovikalvolle. Levittäminen voi tapahtua kuten käytettäessä liuotinlaimennettuja silaaneja, esim. jatkuvatoimisesti uppohauteessa, ruiskuttamalla tai pyyhkäisyterällä, jonka jälkeen ylimäärä poistetaan telojen välissä ja kuivataan läpikulku-uunissa. Silaaniliuosten tai silaanipitoisen lakan levittämisen jälkeen liimattavien kerrosten pinnalle ja liuottimen poistamisen jälkeen yhdistettävät kalvot asetetaan päällekkäin halutussa järjestyksessä ja mahdollisesti kohotetussa lämpötilassa valmistetaan tunnettuun tapaan esikerrosyhdistelmä, jolloin on sopivinta poistaa ilma laminaatista. Sitten tästä esikerrosyhdistelmästä valmistetaan lämmön ja paineen avulla lopullinen kerrosyhdistelmä esim. autoklaavissa paineessa n. 10-15 kp/cm^2 ja lämpötilassa 130^o-150^{o}C.
Eräs keksinnön erityismuoto on kerrosturvalasi, jossa käytetään pintanuorrutettujen silikaattilasilevyjä. Vastaten pintanuorrutettujen silikaattilasilevyjen ulomman kerroksen kemiallista rakennetta ja ottaen huomioon käytetyn kalvon ja mahdollisesti käytetyn lakan tarttumisvoi-

ma valitaan sopivat silaanit sopivimmin esikokeiden perusteella.

Kerroslasit, joissa käytetään keksinnön mukaisesti käsiteltyjä, pehmitettyjä polyvinyylibutyraalikalvoja, muodostuvat keksinnönmukaisesti käsitellyn, pehmitetyn polyvinyylibutyraalikalvon vähintään yhdestä kerroksesta. Ne voidaan valmistaa käyttäen karkaisematonta, karkaistua, taso-, taivutettua, metallihöyryllä päällystettyä, painettua, värjättyä, syövytettyä tai pintakuviollista silikaattilasilevyä, jossa mahdollisesti on lankaupotus, sekä väritöntä, värillisläpinäkyvää, väripäällystetty, painettua, keksinnön mukaisesti käsiteltyä, pehmitettyä polyvinyylibutyraalikalvoa, johon mahdollisesti on upotettu lankoja, lankaverkkoja, kankaita tai esineitä, esim. aurinkokennoja.

Silikaattilasien tai keksinnön mukaisesti käsiteltyjen, pehmitettyjen polyvinyylibutyraalikalvojen paksuudet samoin kuin kerroskappaleen yksittäiskerrosten lukumäärä ovat vaihtelevasti valittavissa käyttötarkoituksesta riippuen. Tämä mahdollistaa käytön rakennusalalla ovissa ja ovilaitteissa, ikkunoissa ja ikkunalaitteissa, porras-, parveke- ja julkisivukaiteissa, väliseinämissä erottamaan huonetiloja, parvekkeita ja pihamaita, terassien, valokatosten tai kasvihuoneiden katoissa tai katto-osissa, puhelin- ja tietokonelaitteiden kennoissa, lasikoissa, kassatiloissa, vankiloissa ja räjähdys- tai luhistumisalttiissa tiloissa turvalasina suojaamaan läpäisyltä, murroilta, ampumiselta, tulelta, melulta, kylmyydeltä, lämmöltä ja kuumuudelta mahdollisesti varustettuna hälytys- tai lämmityslangoilla.

Ajoneuvosektorilla tulevat kysymykseen autojen, kiskoajoneuvojen, laivojen ja lentokoneiden lasitukset esim. tuuli-, perä- ja sivulasina, ovissa ja väliseinämissä.

On mahdollista valmistaa keksinnön mukaisesti käsitellyistä, pehmitetyistä polyvinyylibutyraalikalvoista monikerrosyhdistelmä yhdessä muiden läpinäkyvien muovien kanssa. Niinpä mahdollisia ovat esim. kerrosrakenteet, joissa silikattilasin ja pehmitetyn polyvinyylibutyraalikalvon lisäksi käytetään sitkeänjoustavina aineksina esim. polymetyylimetakrylaattia, polykarbonaattia, polyetyleenitereftalaattia, kova-PVC:tä ja polyamidia ja pehmeänjoustavina, liimaavina aineksina esim. polyuretaania, etyleenin sekapolymeraatteja, polyamideja, polyepoksideja, polysilioksaaneja ja polymetakrylaatteja.

Seuraavat keksinnön mukaisten kerrosturvalasien valmistusesimerkit selventävät keksintöä sitä rajoittamatta.

Esimerkit 1-14

Valmistettiin etyleenin ja vinyyliasetaatin erilaisista sekapolymeraateista 0,4 mm paksuja kalvoja, joita käsiteltiin silaaniliuoksilla upottamalla.

Liuottimeksi valittiin tolueeni, joka sai haihtua ennen käsiteltyjen kalvojen jatkotyöstöä. Sitten kalvot astettiin kahden lasilevyn väliin, ilman poistamiseksi paketti syötettiin kumitelaparin läpi huoneenlämpötilassa ja käsiteltiin 1,5 tuntia autoklaavissa paineessa 12 bar ja lämpötilassa 170°C, jolloin muodostui virheetön kerroslasi. Kalvojen tarttuvuus lasiin määritettiin möhkälemenetelmällä lämpötilassa -20°C, +23°C ja +90°C.

Esim. n:o	Vinyyliasetaattipitoisuus	Silaania paino-%	Dikumyyliperoksidi	Möhkälearvo lämpötilassa -20°C	+23°C	+90°C
1	8 paino-% [1]	ilman	ilman	0	1	3
2	"	1% IMEO	"	10	10	10
3	"	1% GLYMO	"	4	10	10
4	"	1% VTEO	"	0	0	0
5	"	1% VTEO	0,1 paino-%	1	10	10
6	"	1% VTMO	"	0	10	10
7	"	1% MEMO	"	3	6	10
8	26 paino-% [2]	ilman	ilman	0	2	5
9	"	1% IMEO	"	10	10	10
10	"	1% GLYMO	"	10	10	10
11	"	1% VTEO	"	0	0	0
12	"	1% VTEO	0,1 paino-%	10	10	10
13	"	1% VTMO	"	10	10	10
14	"	1% MEMO	"	10	10	10

IMEO = γ-imidatsolyylipropyylitrietoksisilaani
GLYMO = γ-glysidyylioksipropyylitrimetoksisilaani
VTEO = vinyylitrietoksisilaani
VTMO = vinyylitrimetoksisilaani
MEMO = γ-metakryylioksipropyylitrimetoksisilaani

[1] Shore-A-kovuus = 97 [2] Shore-A-kovuus = 79.



Missing

page/

pages

Esimerkit 28 ja 29.

Esimerkkejä 15-17 täydennettiin käyttämällä silaaneja puhtaan liuottimen asemasta lakoissa.

Käyttäen vinyylikloridin ja vinyylialkoholiryhmiä sisältävän vinyyliasetaatin osaksi saippuoitua sekapolymeraattia (kaupan merkinnällä Vinylite VAGH, valmistaja Union Carbide Corporation), pehmittimenä 25 paino-% di-isodesyyliftalaattia sekapolymeraatista laskettuna, sekapolymeraatin stabilisaattorisysteemiä ja liuottimena metyyli-isobutyyliketonia, valmistettiin lakka 1. Lakka sisälsi 10 paino-% sideainetta (= sekapolymeraatti + pehmitin + stabilisaattori) ja 1 paino-% γ-imidatsolyylipropyylitrietoksisilaania (IMEO).

Lisäksi valmistettiin lakka 2 käyttäen yllä mainittua pehmitettyä, stabiloitua sekapolymeraattia Vinylite VAGH ja toista vinyylikloridin, vinyyliasetaatin ja maleiinihapon samalla tavoin pehmitettyä ja stabiloitua sekapolymeraattia (kaupan merkinnällä Hostaflex M 133, valmistaja Hoechst AG), jolloin sekapolymeraattien VAGH ja M 133 määrien suhteeksi valittiin 24:1 ja sideaineen osuus oli 15 paino-%. Lisäksi lakka sisälsi 1 paino-% γ-glysidyylioksipropyylitrimetoksisilaania (GLYMO).

Etyleenin ja 26 paino-%:sen vinyyliasetaatin sekapolymeraatista valmistettuja, 0,4 mm paksuisia kalvoja käsiteltiin näillä lakoilla upottamalla. Liuottimen haihtumisen jälkeen käsitellyt kalvot asetettiin kahden lasilevyn väliin. Ilman poistamiseksi paketti syötettiin kumitelaparin läpi ja jatkotyöstettiin autoklaavissa kolme tuntia paineessa 12 bar ja lämpötilassa 140°C virheettömiksi kerroslaseiksi. Kalvojen tarttuvuus määritettiin möhkälemenetelmällä.

Esim. n:o	Lakka n:o	Silaania paino-%	Möhkälearvot -20°C	+23°C	+90°C
28	1	1% IMEO	10	10	10
29	2	1% GLYMO	10	10	10

Esimerkki 30

Valmistettiin 0,4 mm paksuja kalvoja etyleenin ja 26 paino-%:n vinyyliasetaatin sekapolymeraatista, käsiteltiin esimerkissä 16 kuvatulla tavalla γ-imidatsolyylipropyylitrietoksisilaanin (IMEO) 1 paino-%:lla liuoksella tolueenissa ja työstettiin kerroslasiksi.

Lisäksi ilmastoitiin kosteuspitoisuuteen 0,45 paino-% pehmitetystä polyvinyylibutyraalista (PVB) valmistettuja 0,4 mm paksuja kalvoja, joiden tarttuvuus oli hyvä (rakennuslasilaatu), ja työstettiin samoin kerroslasiksi.

Molemmilla kerroslasilaaduilla suoritettiin kuulapudotuskoe DIN 52 306 mukaan lämpötilassa +23°C ja -20°C teräskuulalla, paino 227 g.

Tulokset ilmenevät taulukosta 1. Kuten taulukosta selviää voidaan käyttämällä etyleenin ja 26 paino-%:sen vinyyliasetaatin sekapolymeraatista valmistettuja, pehmitintä sisältämättömiä kalvoja valmistaa kerrosturvalaseja, jotka pehmitetystä polyvinyylibutyraatista valmistettuihin kerrosturvalaseihin verrattuina ovat erittäin iskunkestäviä kylmässä. Turvallinen kuulanpudotuskorkeus on lähes kaksi kertaa suurempi lämpötilassa -20°C.

Taulukko 1

+23°C

Pudotus-korkeus (m)	0,4 mm repeämä (cm)	Sekapolymeraatti Läpäisy	Sirpale-paino g	0,4 mm repeämä (cm)	PVB-kalvo läpäisy	Sirpalepaino g
6	ei	ei	0,2	-	-	-
7	2	"	3,3	-	-	-
8	5	"	2,2	-	-	-
8	2/1	"	1,2	-	-	-
8	7	"	7,9	ei	ei	1,3
9	10	kyllä	-	-	-	6,8
12	-	-	-	9/2	"	6,8
13	-	-	-	12/4	"	6,2
14	-	-	-	11	kyllä	-
16	-	-	-	12/6/2	ei	7,5

-20°C

5	-	-	-	ei	ei	0
6	ei	ei	0,1	"	"	0,2
7	"	"	0,3	-	kyllä	-
8	3	"	1,8	-	-	-
10	3/1	"	2,0	-	-	-
11	12/12/12	"	4,4	-	-	-
12	12/5	kyllä	-	-	-	-

Esimerkit 31-39

Pehmitettyä, suuren tarttuvuuden lasiin omaavaa polyvinyylibutyraalikalvoa (rakennuslasilaatu, möhkälearvo 10) käsiteltiin upottamalla tolueeniliuoksilla, joissa vaihtelevia määriä eri silaaneja. Sitten liuotin poistettiin haihduttamalla huoneenlämpötilassa. Erilaiset, käsitellyt kalvot ilmastoitiin vesipitoisuuteen 0,45 %, asetettiin kahden lasilevyn väliin ja lämmitettiin niin, että mitattu lasin pintalämpö oli 90°C. Ilman poistamiseksi lämmin "sandwich" syötettiin kumitelaparin läpi. Näin muodostunutta kerrosyhdistelmää käsiteltiin kolme tuntia autoklaavissa paineessa 12 bar ja lämpötilassa 140°C ja saatiin virheetön kerroslasi. Kalvojen tarttuvuus lasiin määritettiin -20°C:ssa möhkälemenetelmällä.

Esim. n:o	Silaania paino-%	Möhkälearvo -20°C:ssa	Esim. n:o	Silaania paino-%	Möhkälearvo -20°C:ssa
31	0 ATAO	10	10	0,1 MEMO	4
32	0,5 "	10	11	1 "	0
33	1 "	10	12	5 "	0
34	2 "	7	13	0,1 STFO	1
35	3 "	5	14	5 "	0
36	5 "	3	15	0,1 GLFMO	3
37	5,5 "	1	16	1 "	0
38	6 "	1	17	0,1 ACTMO	3
39	7 "	1	18	1 "	1
			19	5 "	0

ATAO = isobutyylitrimetoksisilaani

MEMO = γ-metakryylioksipropyylitrimetoksisilaani

SIFO = 2-(trietoksisilyyli)-etyylifosfonihappodietyyliesteri

GLEMO = 4-(metyyli-3'-(trimetoksisilyyli)-propoksi)-1,3-dioksolaani

ACTMO = (1-(polyetyleeni-propyleeniglykoli)-3-(trimetoksisilyyli)-propyyli)-asetaatti.

Esimerkit 40-47

Pehmitettyä, suuren tarttuvuuden lasiin omaavaa polyvinyylibutyraalikalvoa (rakennuslasilaatu, möhkälearvo 10) käsiteltiin tolueeniliuoksella, jossa oli 3,0 tai 5,5 paino-% isobutyylitrimetoksisilaania (ATAO). Liuottimen haihtumisen jälkeen silanoitu kalvo ilmastoitiin sisältämään vaihtelevia vesimääriä.

Kerroslasin valmistus tapahtui kuten esimerkeissä 1-19. Vertailun vuoksi valmistettiin kerroslasi, jossa oli samanlaatuista ja saman vesipitoisuuden sisältävää käsittelemätöntä polyvinyylibutyraalikalvoa. Tulokset ilmenevät seuraavasta taulukosta.

Esim. n:o	ATAO paino-%	Vesipitoisuus paino-%	Möhkälearvo -20°C:ssa Käsittelemätön kalvo	Käsitelty kalvo
40	5,5	0,31	10	1
41	5,5	0,41	10	1
42	5,5	0,64	7	1
43	5,5	0,82	4	1
44	3,0	0,32	10	5
45	3,0	0,41	10	5
46	3,0	0,61	7	2
47	3,0	0,82	4	1

Esimerkit 48-50

Esimerkit 31-39 toistettiin sillä erolla, että tolueenin asemasta käytettiin bensiiniä ja ksyleeniä 5 paino-%:sen isobutyylitrimetoksisilaaniliuoksen (ATAO) valmistuksessa.

Esim. n:o	Liuotin	Möhkälearvo -20°C:ssa Käsittelemätön kalvo	Käsitelty kalvo
48	tolueeni	10	3
49	bensiini	10	4
50	ksyleeni	10	4

Esimerkit 51-69

Kuten esimerkeissä 31-39 käytettiin pehmitettyä, kontrolloidun tarttumisen lasiin (tuulilasilaatu, möhkälearvo 2) omaavaa polyvinyylibutyraalikalvoa, jota käsiteltiin esimerkeissä 1-30 kuvatulla tavalla ja työstettiin kerroslasiksi.

Esim. n:o	Silaania paino-%	Möhkälearvo -20°C:ssa	Esim. n:o	Silaania paino-%	Möhkälearvo -20°C:ssa
51	0 IMEO	2	62	0,001 AMEO	2
52	0,0005 "	2	63	0,005 "	6
53	0,001 "	3	64	0,01 "	6
54	0,002 "	3	65	0,05 "	10
55	0,004 "	6	66	0,006 GLYMO	3
56	0,006 "	6	67	0,03 "	4
57	0,008 "	7	68	0,09 "	5
58	0,01 "	10	69	0,6 "	5
59	0,02 "	10			
60	0,03 "	10			
61	0,04 "	10			

IMEO = γ-imidatsolyylipropyylitrietoksisilaani
AMEO = γ-aminopropyylitrietoksisilaani
GLYMO = γ-glysidyylioksipropyylitrimetoksisilaani

Esimerkit 70-73

Esimerkeissä 51-69 käytettyä, pehmitettyä ja kontrolloidun tarttuvuuden lasiin omaavaa polyvinyylibutyraalikalvoa käsiteltiin tolueeniliuoksella, jossa oli 0,01 paino-% γ-imidatsolyylipropyylitrietoksisilaania (IMEO) ja liuottimen haihduttamisen jälkeen ilmastoitiin sisältämään eri vesipitoisuuksia. Kerroslasin valmistus tapahtui kuten esimerkeissä 1-30.

Esim. n:o	Vesipitoisuus paino-%	Möhkälearvo -20°C:ssa Käsittelemätön kalvo	Käsitelty kalvo
70	0,31	3	10
71	0,41	3	10
72	0,64	3	10
73	0,82	2	10

Esimerkit 74-79

Käytettiin pehmitettyä, suuren tarttuvuuden lasiin omaavaa (rakennuslasilaatu, möhkälearvo 10) polyvinyylibutyraalikalvoa kerrosturvalasin valmistamiseksi käyttäen metallihöyryllä päällystettyjä laseja, jolloin lasin höyryllä päällystetyt pinnat olivat polyvinyylibutyraalikalvoa vastaan, so. sisäänpäin. Polyvinyylibutyraalikalvoja oli aikaisemmin käsitelty silaanin tolueeniliuoksella ja ilmastoitu vesipitoisuuteen 0,45 %.

Esim. n:o	Lasipäällyste	Silaania paino-%	Möhkälearvo -20°C:ssa Käsittelemätön kalvo	Käsitelty kalvo
74	Auresin^{R} 50/36	5 Ameo	1	7
75	Auresin^{R} 55/42	5 "	1	5
76	metalli 50/47	5 "	1	2
77	Auresin^{R} 50/36	5 GLYMO	1	3
78	Auresin^{R} 55/42	5 "	1	4
79	metalli 50/47	5 "	1	3

AMEO = γ-aminopropyylitrietoksisilaani

GLYMO = γ-glysidyylioksipropyylitrimetoksisilaani

Esimerkit 80-87

Käytettiin kuten esimerkeissä 74-79 pehmitettyä, suuren tarttuvuuden lasiin omaavaa polyvinyylibutyraalikalvoa ja pintapäällystettyä lasia kerrosturvalasin valmistamiseksi, mutta käytettiin silaanipitoista lakkaa. Lisäksi valmistettiin liuos, jossa oli 2 paino-% pehmitettyä polyvinyylibutyraalikalvoa ja 1 paino-% silaania. Liuottimena käytettiin dioksaanin ja metyyli-isobutyyliketonin 1:4-seosta. Tällä silaanipitoisella lakalla käsiteltiin polyvinyylibutyraalikalvoa (esimerkit 80-83) tai päällystettyä lasia (esimerkit 84-87). Ennen kerrosyhdistelmän valmistamista polyvinyylibutyraalikalvo ilmastoitiin vesipitoisuuteen 0,45 %.

Esim. n:o	Lasipäällyste	Silaani	Möhkälearvo -20°C:ssa	
			Käsittelemätön kalvo	Käsitelty kalvo
50	Calorex ®	IMEO	6	10
51	Parelio ®	IMEO	6	10
52	Calorex ®	GLYMO	6	10
53	Parelio ®	GLYMO	6	10
			Käsittelemätön lasi	Käsitelty lasi
54	Calorex ®	IMEO	6	10
55	Parelio ®	IMEO	6	10
56	Calorex ®	GLYMO	6	10
57	Parelio ®	GLYMO	6	10

IMEO = γ-imidatsolyylipropyylitrietoksisilaani
GLYMO = γ-glysidyylioksipropyylitrimetoksisilaani

Esimerkit 88-102

Seokseen, jossa oli 32 paino-osaa metyyli-isobutyyliketonia, 23 paino-osaa isopropanolia ja 34,2 paino-osaa tolueenia, liuotettiin 8 paino-osaa vinyylikloridin ja vinyylialkoholiryhmiä sisältävän vinyyliasetaatin osaksi saippuoitua sekapolymeraattia (kaupan merkinnällä Vinylite VAGH, valmistaja Union Carbide Corporation), 2 paino-osaa di-isodesyyliftalaattia, 0,4 paino-osaa sinkkistabilisaattoria (kaupan merkinnällä Irgastab 17 M) ja 0,4 paino-osaa epoksidoitua soijajauhetta. Näin saatuun peruslakkaan sekoitettiin taulukossa 1 mainittuja määriä γ-imidatsolyylipropyylitrietoksisilaania (IMEO) tai γ-aminopropyylitrietoksisilaania (AMEO) tai γ-(β-aminoetyyli)-aminopropyylitrimetoksisilaania (DAMO) tai γ-glysidyylioksipropyylitrimetoksisilaania (GLYMO).

Pehmitettyä, polyvinyylikloridipitoista kalvoa käsiteltiin tällä lakalla upottamalla, ruiskuttamalla tai painamalla ja lakan liuotin poistettiin haihduttamalla. Tällä tavoin käsitellyt PVC-kalvot asetettiin silikaattilasien väliin, ilman poistamiseksi näin saatu "sandwich" syötettiin kylmänä kumitelaparin läpi ja autoklavioitiin kokonaisajassa 1,5 tuntia lämpötilassa 140°C ja paineessa 12 bar. Saadun kerroslasin tarttuvuus kalvoon määritettiin möhkälemenetelmällä -20°C:ssa. Tulokset ilmenevät taulukosta 2.

Taulukko 2

Esim. n:o	Silaania paino-%	Möhkälearvo	Esim.	Silaania	Möhkälearvo -20°C:ssa
88	1 % AMEO	10	97	1 % GLYMO	10
89	1 % DAMO	10	98	0,5 % "	10
90	1 % IMEO	10	99	0,1 % "	6
91	0,5 % "	10	100	0,05 % "	3
92	0,05% "	10	101	0,01 % "	1
93	0,01% "	10	102	ilman lisäainetta	0
94	0,005% "	6			
95	0,001% "	4			
96	0,0005%"	2			

Esimerkit 103-113

Seokseen, jossa oli 24 paino-osaa metyyli-isobutyyliketonia, 43,5 paino-osaa ksyleeniä ja 24,8 paino-osaa sykloheksanonia, liuotettiin 3,41 paino-osaa pienimolekyylistä polymetyylimetakrylaattihartsia (kaupan merkinnällä M 345, valmistaja Röhm), 1,46 paino-osaa vinyylikloridin, vinyyliasetaatin ja maleiinihapon sekapolymeraattia (kaupan merkinnällä Hostaflex M 133, valmistaja Hoechst AG), 2,63 paino-osaa dioktyyliadipaattia ja kulloinkin 0,1 paino-osaa esimerkeissä 1-15 mainittuja stabilisaattoreita. Saatuun peruslakkaan sekoitettiin taulukossa 3 mainittuja määriä β-(3,4-epoksisykloheksyyli)-etyylitrimetoksisilaania (ECHMO) tai γ-glysidyylioksipropyylitrimetoksisilaania (GLYMO). Jatkotyöstö tapahtui kuten esimerkeissä 88-102. Saadut tarttumisarvot ilmenevät seuraavasta taulukosta 3.

Taulukko 3

Esimerkki	Silaania paino-%	Möhkälearvo -20°C:ssa
103	ilman	0
104	0,2 ECHMO	2
105	0,5 "	10
106	0,8 "	10
107	0,2 GLYMO	2
108	0,5 "	10
109	0,8 "	10

Vertailun vuoksi valmistettiin sama peruslakka kuin esimerkeissä 103-109 sillä erolla, että se ei sisältänyt vinyylikloridin, vinyyliasetaatin ja maleiinihapon sekapolymeraattia. Tähän peruslakkaan sekoitettiin taulukossa 4 mainittuja määriä GLYMO:a ja saatua tuotetta jatkotyöstettiin kuten yllä. Tulokset ilmenevät taulukosta 4.

Taulukko 4

Esimerkki	GLYMO:a paino-%	Möhkälearvo -20°C:ssa
110	0,2	0
111	0,5	0
112	1,0	0
113	2,0	0

Esimerkit 114-120

Toistettiin esimerkki 106 sillä erolla, että siinä mainittu polymetyylimetakrylaattihartsin (PMMA) ja vinyylikloridin, vinyyliasetaatin ja maleiinihapon sekapolymeraatin (VC/VAc/MA) suhde muutettiin sisältämään enemmän polymetyylimetakrylaattihartsia. Vastaavat määrät ilmenevät taulukosta 5. Jatkotyöstö tapahtui kuten esimerkeissä 103-109. Tulokset ilmenevät taulukosta 5.

Taulukko 5

Esimerkki	Polymeraattien määrämuhde PMMA	VC/VAc/MA.	ECHMO:a paino-%	Möhkälearvo -20°C:ssa
114	2,34	1	0,8	10
115	3,07	1	0,8	10
116	3,88	1	0,8	10
117	5,97	1	0,8	10
118	8,76	1	0,8	3
119	23,4	1	0,8	2
120	23,4	1	ilman	0.

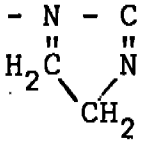
Patenttivaatimukset.

1. Kerrosturvalasi, joka on valmistettu yhdistämällä yksi- tai molemminpuolisesti yksi tai useampi silikaattilasilevy ja pehmitettyjä muovikalvoja kohotetussa lämpötilassa silaanien avulla, t u n n e t t u siitä, että siinä on käytetty osa-asetalisoituja polyvinyylialkoholikalvoja ja kerrosyhdistelmäksi puristaminen on suoritettu lämpötilassa 120-200°C.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että kalvojen Shore-A-kovuus mitattuna DIN 505 mukaan on 40-98, edullisesti 50-95.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen kerrosturvavalasi, t u n n e t t u siitä, että käytetyt pii-organofunktionaaliset silaanit ovat yleistä kaavaa

$$R_n\text{-}Si(R'_{3-n})\text{-}A_p\text{-}Z \qquad \text{I}$$

jossa R on hydrolysoituva tähde kuten Cl tai OR^2 (R^2 = C_{1-8}-alkyylitähde, jossa mahdollisesti on heteroatomeja kuten -O- tai -S-, tai asyylitähde), R' on 1-18 hiiliatomia sisältävä alkyylitähde, A on kaksiarvoinen, 1-10 hiiliatomia sisältävä alkyleenitähde, joka mahdollisesti on haarautunut, ja Z on funktioryhmän sisältävä tähde, jolloin funktioryhmänä on esim. , -C=O-, halogeeni, NR^2R^3 tai , jolloin R^2 on alkyyli, jonka alkyylitähteessä on 2-8 hiiliatomia, R^3 on vety tai R^2 ja R^4 on vety, CH_3 tai C_2H_5, n on 1-3 ja p on 0 tai 1.

4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että yleistä kaavaa

$$R_nSi(R'_{3-n})\text{-}A_p\text{-}Z$$

olevia silaaneja, joiden kaavassa R, R', A, n ja p merkitsevät kuten yllä ja Z on -C=C-ryhmän sisältävä tähde, on käytetty radikaalimuodostajan kanssa.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että silaaneina on käytetty pelkästään piifunktionaalista silaania tai erilaisten piifunktionaalisten silaanien seoksia.

6. Patenttivaatimusten 1-5 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että silaani on levitetty liuoksen muodossa yhdistettävien kerrosten vähintään yhdellä rajapinnalle, jonka jälkeen liuotin on poistettu ennen kerrosten yhteenliittämistä.

7. Patenttivaatimuksen 11 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että osa-asetalisoitu polyvinyylialkoholikalvo on polyvinyylibutyraalikalvo.

8. Patenttivaatimusten 1-7 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että silaanien liuottimeen liuotettu määrä on 0,0001-10 paino-%.

9. Patenttivaatimusten 7-8 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että silaanien liuottimeen liuotettu määrä on 0,0001-7,0 edullisesti 0,0005-5,0 paino-%.

10. Patenttivaatimuksen 8 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että liuoksen silaanipitoisuus on 0,01-10, edullisesti 0,05-7 paino-% liuottimesta laskettuna.

11. Patenttivaatimusten 1-6 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että silaania käytetään lakassa.

12. Patenttivaatimuksen 11 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että osa-asetalisoitu polyvinyylialkoholikalvo on polyvinyylibutyraalikalvo.

13. Patenttivaatimuksen 11 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että lakan silaanipitoisuus on 0,0001-7, edullisesti 0,0005-5 paino-% lakkasysteemistä laskettuna.

14. Patenttivaatimuksen 12 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että lakan silaanipitoisuus on 0,0001-2,0, edullisesti 0,0005-1,0 paino-% lakkasysteemistä laskettuna.

15. Patenttivaatimuksen 11 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että käytetyn lakan sideaine sisältää reaktiokykyisiä OH- ja/tai COOH-ryhmiä.

16. Patenttivaatimuksen 15 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että käytettäessä epoksidiryhmäpitoisia silaaneja näiden määrä lakassa on 0,01-5, edullisesti 0,01-2 paino-%.

17. Patenttivaatimuksen 15 mukainen kerrosturvalasi, t u n n e t t u siitä, että käytettäessä aminoryhmäpitoisia silaaneja näiden määrä lakassa on 0,0001-2, edullisesti 0,0005-1 paino-%.

Patentkrav.

1. Laminerat säkerhetsglas som är framställt genom att på ena eller vardera sidan förbinda en eller flera silikatglaskivor med mjukgjorda plastfoler vid förhöjda temperaturer och med tillhjälp av silaner, k ä n n e t e c k n a t därav, att man insätter pertiellt acetaliserade polyvinylalkoholfolier och utför lamineringspressningen vid temperaturen 120°C - 200°C.

2. Säkerhetsglas enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att folierna uppvisar en Shore-A-hårdhet, mät enligt DIN 53 505, av 40-98, företrädesvis 50-95.

3. Säkerhetsglas enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att silicium-organofunktionella silaner som men använder har den allmänne formeln

$$\begin{matrix} R_n Si - A_p - Z \\ R'_{3-n} \end{matrix} \qquad \text{I}$$

vari R är en hydrolyserbar rest, såsom Cl, OR^2 (R^2 = C_{1-8}-alkylrest som eventuellt innehåller heteroatomer såsom -O- eller -S-, eller en acylrest), R' är en alkylrest med 1-18 C-atomer, A är en tvåvärd alkylenrest med 1-10 C-atomer, vilken eventuellt kan vara förgrenad, och Z är en rest innehållande en funktionell grupp, varvid som funktionell grupper t.ex. $-CH-CH_2$ (O), -C=C-, halogen, NR^2R^3 eller

$$-N - \underset{\underset{H_2C \quad N}{\|}}{C} - R^4,$$
$$CH_2$$

varvid R^2 är väte eller aminoalkyl med 2-8 C-atomer i alkylresten och R^3 är väte eller R^2 och R^4 är väte, CH_3 eller C_2H_5, n är 1-3 och p 0 eller 1.

4. Säkerhetsglas enligt patentkravet 3, k ä n n e t e c k n a t därav, att man tillsammans med en radikalbildare insätter silaner med den allmänna formeln

$$\begin{matrix} R_n Si - A_p - Z \\ R'_{3-n} \end{matrix}$$

vari R, R', A, n och p har ovan angivna betydelse och Z är en rest som innehåller en -C=C-grupp.

5. Säkerhetsglas enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att man som silan insätter enbart ett siliciumfunktionellt silan eller blandningar av olika siliciumfunktionella silaner.

6. Säkerhetsglas enligt patentkraven 1-5, k ä n n e t e c k n a t därav, att man anbringar silanen lösningsform på åtmistone en av gränsytorna på skikten som skall förbindas med varandra vadefter lösningsmedlet avlägsnas före lamineringen.

7. Säkerhetsglas enligt patentkravet 6, k ä n n e t e c k n a t därav, att den pertiellt acetaliserade polyvinylakohol-folien är en polyvinylbutyral-folie.

8. Säkerhetsglas enligt patentkraven 1-7, k ä n n e t e c k n a t därav, att silanerna föreligger lösta i lösningsmedel i mängder 0,0001 - 10 vikt-%.

9. Säkerhetsglas enligt patentkraven 7-8, k ä n n e t e c k n a t därav, att silanerna föreligger lösta i lösningsmedel i mängder 0,0001 - 7,0, företrädesvis 0,0005 - 5,0 vikt-%.

10. Säkerhetsglas enligt patentkravet 8, k ä n n e t e c k n a t därav, att silankoncetrationen i lösningen är 0,01-10, företrädesvis 0,05-7 vikt-%, beräknat på lösningsmedlet.

11. Säkerhetsglas enligt patentkraven 1-6, k ä n n e t e c k n a t därav, att silanet insätts fördelat i ett lack.

12. Säkerhetsglas enligt patentkravet 11, k ä n n e t e c k n a t därav, att den partiellt acetaliserade polyvinylalkohol-folien är en polyvinylbutyral-folie.

13. Säkerhetsglas enligt patentkravet 11, k ä n n e t e c k n a t därav, att silankoncentrationen i lacken är 0,0001-7 vikt-%, företrädesvis 0,0005-5 vikt-%, beräknat på lacksystemet.

14. Säkerhetsglas enligt patentkravet 12, k ä n n e t e c k n a t därav, att silankoncentrationen i lacken är 0,0001-2,0, företrädesvis 0,0005-1,0 vikt-%, beräknat på lacksystemet.

15. Säkerhetsglas enligt patentkravet 11, k ä n n e t e c k n a t därav, att man insätter ett lack, vars bindemedel innehåller reaktiva OH- och/eller COOH-grupper.

16. Säkerhetsglas enligt patentkravet 15, k ä n n e t e c k n a t därav, att vid insättande av epoxidgrupphaltiga silaner innesluts dessa i lacket i mängder från 0,01-5 vikt-%, företrädesvis 0,01-2 vikt-%.

17. Säkerhetsglas enligt patentkravet 15, k ä n n e t e c k n a t därav, att vid insättande av aminogrupphaltiga silaner innesluts dessa i lacket i mängder från 0,0001 - 2 vikt-%, företrädesvis 0,0005 - 1 vikt-%.

Hak. n:o 801844

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar:

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer, utläggnings- och patentskrifter:

Suomi - Finland

Iso-Britannia - Storbritannien

Norja - Norge

Ranska - Frankrike

Ruotsi - Sverige

Saksa - BRD - Tyskland H 2.410.153 (C03C 27/10), K 1.013.867 (C03C 27/10)

Sveitsi - Schweiz

Tanska - Danmark

USA P 3.341.399 (161-193)

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.

Allekirjoitus