

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

B32B 17/10 (2006.01)

C03C 27/12 (2006.01)



# [12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02827718. X

[45] 授权公告日 2008 年 8 月 13 日

[11] 授权公告号 CN 100410070C

[22] 申请日 2002.12.23 [21] 申请号 02827718. X

[30] 优先权

[32] 2001.12.27 [33] US [31] 60/344,263

[32] 2002.11.15 [33] US [31] 10/294,728

[86] 国际申请 PCT/US2002/041035 2002.12.23

[87] 国际公布 WO2003/057478 英 2003.7.17

[85] 进入国家阶段日期 2004.7.30

[73] 专利权人 索鲁蒂亚公司

地址 美国密苏里州

[72] 发明人 戴维·P·布尔西耶

弗朗科斯·A·科兰

简·H·L·克罗曼

[56] 参考文献

JP 2001226153 A 2001.8.21

EP 1029663 A2 2000.8.23

US5234062A 1996.2.8

EP0707950A2 1996.4.24

审查员 王良荣

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利  
商标事务所

代理人 寇英杰

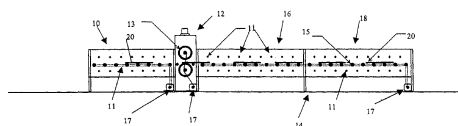
权利要求书 3 页 说明书 17 页 附图 3 页

[54] 发明名称

制造玻璃层压板的方法和装置

[57] 摘要

使用低含水量的塑性中间层材料，如聚乙烯醇缩丁醛中间层板，通过采用轧辊排气和在大气压力下高温精整的方法来制备安全玻璃。



1、 一种制造玻璃层压板的方法，包括：

将聚乙烯醇缩丁醛片材与至少一个玻璃基板相对放置，所述聚乙烯醇缩丁醛片材的含湿量低于其重量的0.35%；

将所述至少一个玻璃基板、聚乙烯醇缩丁醛片材或它们的任何组合预热到结合温度；

通过使用轧辊而不使用真空压力去气施加短期压力使所述聚乙烯醇缩丁醛片材和玻璃基板结合，从而形成预层压板；

在一定温度下加热预层压板一段时间，以将聚乙烯醇缩丁醛片材有效地结合到玻璃基板上；

其中，在1-3个大气压的压力下进行所述加热，并且没有在3个大气压以上的压力下的随后的或先前的蒸压步骤。

2、 如权利要求1所述的用于制造玻璃层压板的方法，所述放置步骤还包括：

将聚乙烯醇缩丁醛片材插入在两个玻璃基板之间，所述聚乙烯醇缩丁醛片材的含湿量低于其重量的0.35%。

3、 如权利要求2所述的方法，其特征在于，在从40℃到130℃的温度范围内进行所述预热。

4、 如权利要求3所述的方法，其特征在于，在从70℃到100℃的温度范围内进行所述预热。

5、 如权利要求2所述的方法，其特征在于，所述施加短期压力的持续时间小于15分钟。

6、 如权利要求5所述的方法，其特征在于，所述施加短期压力的持续时间为0.02秒到100秒。

7、 如权利要求6所述的方法，其特征在于，所述施加短期压力的持续时间为0.04到50秒。

8、 如权利要求2所述的方法，其特征在于，所述施加短期压力至少在0.035MPa的压力下进行。

9、如权利要求2所述的方法，其特征在于，在从115℃到230℃的温度范围内进行所述加热。

10、如权利要求9所述的方法，其特征在于，在从125℃到220℃的温度范围内进行所述加热。

11、如权利要求2所述的方法，其特征在于，所述加热进行0.5到180分钟的时间。

12、如权利要求11所述的方法，其特征在于，所述加热进行2到60分钟的时间。

13、如权利要求1所述的方法，其特征在于，在1大气压的压力下进行所述加热。

14、如权利要求1所述的方法，其特征在于，所述聚乙烯醇缩丁醛片材的含湿量低于该聚乙烯醇缩丁醛片材重量的0.3%。

15、如权利要求14所述的方法，其特征在于，所述含湿量在0.01%到0.20%重量百分比之间。

16、如权利要求15所述的方法，其特征在于，所述含湿量在0.03%和0.18%重量百分比之间。

17、如权利要求2所述的方法，其特征在于，多层聚乙烯醇缩丁醛片材夹在两个玻璃基板之间。

18、如权利要求1所述的方法，其特征在于，在从36-35720千克每线性米的压力下进行所述施加短期压力。

19、一种制造玻璃层压板的方法，包括：

将聚乙烯醇缩丁醛片材插入在两个玻璃基板之间，该聚乙烯醇缩丁醛片材的含湿量在0.01%和0.20%重量百分比之间；

将所述聚乙烯醇缩丁醛片材和玻璃基板结合在一起，并将边缘密封，以形成预层压板；

在0.02到100秒的持续时间内，使用轧辊而不使用真空压力去气对预层压板施加短期压力；

在150℃到220℃的温度下，在1-3个大气压的压力下加热0.5到180分钟，以将聚乙烯醇缩丁醛片材结合到玻璃基板上，形成玻璃层压板。

20、如权利要求19所述的方法，其特征在于，在1大气压的压力下进行所述加热。

21、如权利要求19所述的方法，包括通过将含湿量降低至所述聚乙烯醇缩丁醛片材的重量的0.01%到0.20%的范围内来调节所述聚乙烯醇缩丁醛片材。

22、一种玻璃层压板，包括聚乙烯醇缩丁醛片材，该聚乙烯醇缩丁醛片材的中间层的含湿量范围在该聚乙烯醇缩丁醛片材重量的0.03%到0.18%之间，且该聚乙烯醇缩丁醛片材的烘焙失效在170℃到250℃的范围内。

23、一种制造层压玻璃的装置，包括：

主加热器单元，其用于将聚乙烯醇缩丁醛片材层预热到结合温度；

轧辊，其用于将短期压力施加到成层组件上，从而将聚乙烯醇缩丁醛片材层结合到玻璃基板上，以形成预层压板组件，其中所述成层组件由至少一个玻璃基板和所述聚乙烯醇缩丁醛片材层组成；以及

精加工加热器单元，其在1-3个大气压的压力下操作，用于将预层压板组件加热到一个温度，并加热一段时间，以将聚乙烯醇缩丁醛片材有效地结合到玻璃基板上。

24、如权利要求23所述的装置，其特征在于，在1大气压的压力下操作所述精加工加热器单元。

## 制造玻璃层压板的方法和装置

本申请要求2001年12月27日申请的美国临时申请号US60/344263的权益，在此一并作为参考。

### 技术领域

本发明涉及制造玻璃层压板的方法和装置。

### 背景技术

安全玻璃通常是指透明的层压板，其通过将聚乙烯醇缩丁醛片材（此后称“PVB”片材）夹在两块玻璃之间组成。安全玻璃经常在建筑和汽车的开口中用作透明屏障。其主要功能是吸收能量，如物体爆炸产生的能量，而不容许其穿透开口，因此使得在封闭区域内的物体或人的损害或伤害最小化。安全玻璃也具有其他有益效果如减弱声噪声、降低UV和/或IR光的传输和/或提高窗口的美学作用。

安全玻璃通常由以下方法形成，即将两层玻璃和一层塑料中间层如PVB组装成预压件（预压件），结合成预层压板，然后加工成光学上清楚的层压板。组装阶段包括铺设一块玻璃、覆盖一层PVB片材、铺设第二块玻璃，然后将多余的PVB修整到玻璃层的边缘。结合步骤通常是复杂的，包括从界面排出大部分空气且将PVB局部结合到玻璃上。加工步骤通常在高温和高压下进行，完成玻璃与PVB间的紧密配合。

温度、压力和时间是三个基本的过程变量，其能够在层压过程中平衡。在最后的层压成型中，温度通常升高到大约140℃，以软化中间层，有助于将其与玻璃基板的表面一致且使其流动到可能不平的基板空间的区域内。一旦中间层得到整合，移动的聚合物链逐渐与玻璃结合在一起。上升的温度也加速残余气体和/或残存湿气从玻璃/PVB界面扩散到聚合物中间层内。

在安全玻璃的生产中，压力起到两个关键性的作用。首先，压力

促进PVB流动。其次，其抑制气泡的形成，否则该气泡将会由水汽压力和截留在系统内的空气结合造成。毋庸置疑，在玻璃板中，后一个作用是最重要的制约作用。当预压件组件在环境压力下被加热，从而到达大于大约100℃（在1atm.下水的沸点是100℃）时的温度时，陷入预压件（即未结合的玻璃和塑料的成层组件中）的水和空气易于膨胀成气泡。为抑制气泡形成，通常将伴随压倒性的压力的热量施加到加压釜器皿中的组件上，以便抵消当截留在预压件中的气体和水被加热时所产生的膨胀力。

在层压过程中，时间最后起到最重要的作用。尽管温度和压力能够加速层压过程，必须总是经过一定的临界时间，以生产良好质量的层压玻璃。

遗憾地是，即使仔细优化这三个可控过程变量，经常不足以制造良好质量的层压玻璃。如果在早期的结合步骤过程中，太多的空气被截留在层压材料中，则没有合理的时间量、温度和压力能够生产良好的层压板。安全玻璃层压机已经意识到截留在界面上的气体和随后的高温气泡成形间的微妙关系，不断改进结合过程，从而使界面气体最小化。实际上，所有目前制造层压玻璃的方法包括结合/排气步骤，该结合/排气步骤涉及或者利用轧辊（nip roll）装置挤压预压件，或者用袋子或圆环包住预压件，并抽真空，以排出气体。现有技术中存在有各种排气技术，在最后的高温加工过程中，用作提高阻止气泡形成的层压材料阻力的方法。尽管这样，几乎所有的这些现有层压过程都在压力超过大约10大气压和温度超过大约130℃的情况下，要求采用增压的高压釜进行精加工处理，以便制造质量可接受的层压玻璃。

一个值得注意的专利现有技术方法是，其没有在高压下操作，利用改进的排气工序（使用在真空处理中凸出的PVB片材），以便消除标准高压釜处理的需要。在美国专利US5536347中叙述了这一方法，在此一并作为参考，其教导了一种真空排气非高压釜方法，其中使用含水量为0.4到0.6重量百分比的PVB片材来制造预层压板。这种基于真空的非高压釜方法的预层压板因此能够很好的排气，能够在常压、高

温的精加工处理步骤中处理该预层压板，避免了界面气泡的形成。

在整个玻璃层压板曲线中使用的目标中间层片材的含水量看来似乎是相对含量保持在大约0.30到0.60重量百分比的范围内。尽管，如上所述，在现有技术中已经认识并采用了截留的空气和气泡形成间的关系，PVB中间层材料的含水量和随后在层压板中的气泡形成间的关系还没有得到有效的平衡。

### 发明内容

依照本发明，惊奇地发现，通过一个新方法来获得层压结构，该方法优选包括在准备预压件组件、层压过程时使用低含水量的PVB中间层，来获得本发明，其中不需要高压釜精加工处理。本发明包括用于制造层压玻璃的过程，通过将含水量低于0.35重量百分比的塑性材料与至少一个刚性基板相对放置，从而形成组件，预热刚性基板或塑性材料或者其中的任何组合中的至少一个到结合温度，使用施加短期压力将塑性材料结合到至少一个刚性基板上，从而形成预层压板组件，并在一个温度下进行精加工加热，并加热一段时间，从而有效的将塑性材料结合到基板上，从而形成层压板。本发明还包括用于制造层压玻璃的方法，通过将含水量低于0.35重量百分比的塑性材料插入两刚性基板之间，从而形成组件，将基板或塑性材料或其中的任何组合中的至少其中一个预热到结合温度，使用施加短期压力将塑性材料粘贴到两基板上，从而形成预层压板组件，并在一个温度下进行精加工加热，并加热一段时间，以有效的将塑性材料结合到基板上，从而形成层压板。可在常压下进行精加工加热（finish heating），因此不需标准增压的高压釜步骤，也能够生产玻璃层压板，传统上该高压釜步骤是制造成功的玻璃层压板的关键要求。依照现在所披露的内容，现在认识到，中间层和玻璃/中间层的界面上的组合含水和含气量有一个临界值，在该临界值之下，不需要利用超大气压来避免在精加工温度超过100℃时的气泡形成。特别地，已经发现，如果PVB中间层的含水量（含湿量）在大约0.30重量百分比之下，更优选在大约0.01到大约0.20重量百分比之间，能够将预层压板（玻璃和塑料层的排气和边缘密封

的组件，其仅仅局部结合在一起）制成达到所需的层压质量和安全规格的成品（全部结合且清楚的），而没有使用真空压力来排出预层压板组件的气体，和没有在高压釜中进行精加工挤压。

通过使用低含水量的PVB作为塑性中间层材料，可以在降低的高压釜压力或甚至在大气压力下采用层压精加工温度，该温度远高于前述轧辊排气的预层压板可能采用的温度。因此，本发明使得有可能在大气压或降低的高压釜压力条件下，在温度范围为大约115℃到大约230℃之间，优选大约125℃到220℃之间生产层压板。

另外，在精加工步骤中，都可在短的时间间隔内实现使用高温时的由温度决定的优点，这些优点如将空气溶解入PVB中、将PVB软化从而使充满其所占据刚性基板间的空间内并借此使基板空间与基板表面一致、逐渐结合以及缓和PVB中的残余压力。更详细地说，在目前的方法中，可以降低制造达到规定的性能规格的成品层压板所需的时间，即从通常的高达大约360分钟减少到小于180分钟，优选大约0.5分钟到大约180分钟，更优选为大约2分钟到大约60分钟。本发明的层压板的高温阻力性能也使得其在层压过程中很大地降低对温度变量的敏感性，由此提高生产率。

在一些处理条件下，可以采用一些受限的精加工压力。尽管如此，这种精加工将包括在小于标准高压釜压力下，在一个温度和在一段时间内加热，以有效的将塑性材料结合到基板上。优选地，可在精加工处理中采用小于大约3大气压的压力，这儿塑性材料被结合到基板上；更优选地，可采用大气压力。

依照本发明，制造层压板的装置包括：主加热器单元，其用于将塑性材料层预热到结合温度；结合加压装置（如轧辊装置），其用于将施加短期压力施加到分层的组件上，以便将塑性材料层粘贴到刚性基板上，从而形成预层压板组件，其中该分层的组件由至少一个刚性基板和一层塑性材料组成；和精加工加热器单元，其用于将预层压板组件加热到一个温度，并加热一段时间，从而有效的将塑性材料结合到刚性基板上。

## 附图说明

先参考附图，其中相同的元件采用相同的附图标记，其中：

图1是示出适于执行本发明的装置的一个实施例的示意侧视图。如图所示，该装置包括预热器单元，后面是轧辊装置，再后面是精加工加热器单元。

图2是示出适于执行本发明的装置的第二实施例的示意侧视图。如图所示，该装置包括初级轧辊装置，后面是预热器单元，再后面是轧辊装置，最后是精加工加热器单元。

图3是示出适于执行本发明的装置的第三实施例的示意侧视图。如图所示，该装置包括初级预热器单元，后面是初级轧辊装置，之后是预热器单元，之后是轧辊装置，最后是精加工加热器单元。

图4是示出适于执行本发明的装置的第四实施例的示意侧视图。如图所示，该装置包括初级轧辊装置，之后是预热器单元，之后是轧辊装置，最后是垂直输送机精加工加热器单元。

图5是示出适于执行本发明的装置的第五实施例的示意侧视图。如图所示，该装置包括轧辊装置，之后是预热器单元，之后是第二轧辊装置，之后是卸载输送机支架，之后是脚手架支架，最后是精加工加热器单元。

## 具体实施方式

依照本发明，在层压过程中优选采用低含湿量塑料板。如果需要，可在塑料板与刚性透明的基板，优选玻璃组装从而形成预压件组件之前，将该塑料板起初调节到低湿气（即含水量）。在预压件中优选PVB板的含水量可在高达0.35重量百分比的范围内，但是优选应低于0.30重量百分比，更优选为大约0.01重量百分比到0.20重量百分比的范围内。更优选地，PVB板的含水量范围在其重量的大约0.03到大约0.18重量百分比之间。

可用于本发明的PVB板可从Solutia, Inc.Louis, Missouri, 如“Saflex®”中间层商业可得。尽管不很关键，板厚优选在大约0.25到4.0mm之间，更优选在大约0.32到2.5mm之间。

如果需要调制PVB达到所需的含水量，将PVB板调制到低含湿量的时间和温度不是关键。使用加热炉以使板内的水气化，在大约60℃和70℃之间的温度下，且在加热炉内大约5-10%的相对湿度（RH）x下7，PVB板的优选调制时间是大约30到60分钟。这些调制可容易地将“Safles®”PVB板的含水量降低到大约0.06到0.13重量百分比之间。微波、红外线等环境也可用于这一目的。可替换地，可以采用标准塑料干燥机，如用于在挤出之前干燥塑料粒的干燥机。

优选的PVB中间层通常包含大约10到大约30重量百分比的羟基，表示成聚乙烯醇，剩下的主要是缩丁醛，其表示成聚乙烯醇缩丁醛。在PVB中可包含醋酸盐或其他单体单元，如在美国专利US4968744和5130370中所披露的，在此一并作为参考。填料、色素、着色剂和其他添加剂也可包含在板内，如在前述的美国专利US5130370中所披露的。

PVB板中的增塑剂含量一般范围是，在每100份PVB中含有20到60份的增塑剂。在现有技术中已知的合适的增塑剂如在美国专利US4292372、5013780和5137954中所披露的，这些申请在此一并作为参考。EP877665B1披露了一种优选的增塑剂，二（2-乙基丁酸）三甘醇酯，也在此一并参考该申请。

为控制成品层压板的PVB中间层和玻璃板间的结合，在PVB配方中可包含附着控制介质。传统的低附着混合物如镁和钾基盐可以加入增塑的PVB板中。Magnesium-di-2-ethyl-butyrate是优选的附着可控介质，用于降低层压玻璃的附着力和提高其长期稳定性能，其中以每千克未增塑PVB中含有大约0.1到大约2.5克Magnesium-di-2-ethyl-butyrate的浓度加入PVB中。还优选在每千克未增塑PVB中加入大约0.1到大约1.5克的醋酸钾。

在本发明中并不限制塑性材料的表面构形。可将特征为标准表面构形的商业上可得的塑料中间层成功地用于本发明。另外，也可容易地采用特征为规则或不规则的粗糙或图案表面的塑性材料。这种表面构形可以受到各种技术如压花、熔体破坏等的影响。美国专利US5595818和4654179叙述了带有不规则表面构形的PVB（此后称作

“无规粗糙”），其优选用于本发明。通过使用带有特征为直的规则导槽的表面的PVB板可以提高工艺的鲁棒性，如在美国专利US5425977和6093471中所述的，在此一并参考。这种PVB板特别优选用于本发明。

通常，将玻璃板和一层或多层PVB组装在一起，通过切边将玻璃的边缘外侧的过剩PVB板去除（形成预压件）。可随意地在形成组件之前或之后，或可替换地，在此后叙述的结合步骤之后进行裁切，以将其裁切至适当的尺寸。

在随后的结合步骤中，将预压件层加热至足够高的温度，以将各层结合在一起。结合温度可随PVB层（或使用的其他塑料层）的配方设计（formulation）不同而改变。对于低分子量中间层来说，在室温下就可以得到将各层保持在一起的充分结合。对于在两玻璃板之间含有单个PVB板的多数层压板来说，可在大约40℃和大约130℃之间，优选在大约70℃和大约100℃之间的结合温度下，可以进行充分结合。如图1所示，玻璃/PVB/玻璃组件20在预热器单元10就可达到结合温度，其中在这一阶段玻璃/PVB/玻璃组件20是指预压件，预热器单元10由装备有一组红外线加热器管11的加热炉外壳组成，通过该红外线加热器管11在输送机辊15的平台上输送层压板20，该输送机辊15由驱动马达17供给动力。可替换地，对流加热器、微波和其他供应热量的等效形式，或其组合也可用来预热层压板。

玻璃和PVB中间层的组件然后易于受到短期结合压力，致使各层相互粘贴，且将边缘密封，以阻止空气再进入，其中该短期结合压力足够用于去除过剩的中间层玻璃界面上的空气。这儿将合成的结合层的组合称作预层压板。施加结合压力的优选技术是使用轧辊装置，其为那些制造安全玻璃层压板的本领域技术人员所熟知。如图1所示，轧辊装置12由一组相对的轧辊13组成，该轧辊13具有弹性表面，如橡胶表面，其在相对方向上旋转，从而将预压件组件12通过这种轧辊间的间隙。在施加短期压力中施加到组件上的压力优选持续在小于大约15分钟的时间内。使用轧辊施加短期压力，压力应用的时间范围优选从大约0.02到大约100秒，更优选为大约0.04到50.0秒。这些时间周期类

似于常规层压成型生产线中的结合步骤的范围，且远远短于商业上的高压釜压力周期的60到150分钟。

然而，本发明不受限于使用轧辊装置来进行排气和产生结合压力。如果一些最小的施加短期压力被施加到层压板上，用于施加结合压力的装置并不关键。也可以使用气囊、压力机用压板、连续带、并联滚筒或交错滚筒等。

如这儿所用的，施加短期压力可将压力施加到预压件组件上一段时间，在该段时间内，充分排气并将中间层结合到玻璃上，而不需产生中间层的永久流动或迫使空气完全扩散到中间层内，如使用高压釜所遇到的。必须应用的最小压力优选是至少大约0.035MPa（5psi）。轧辊优选是施加施加短期压力的装置。辊在层压板上的轨迹（辊施加的压力所覆盖的区域）依据轧辊设计而改变，通常为大约10mm，尽管这个尺寸并不关键。滚筒施加到层压板上的力优选在滚筒的每线性英寸上大约为2到2000磅的范围（2-2000PLI（磅每线性英寸），即36-35720千克每线性米），尽管也可以使用此范围外的压力。在轧辊压力施加过程中的时间也随层压板通过轧辊的速度而不同，但是通常不小于0.02或大于100秒。本领域技术人员易于理解，由轧辊组件施加的压力不足以完成在高压的高压釜中得到的结合结果，即将空气驱逐到松散的PVB中、消除PVB表面粗糙度、降低残余压力或促进PVB/玻璃界面处的完全结合等组合结果。

在施加结合压力之后，在一个温度下将结合的层压板加热一段时间，以充分达到粘着，使PVB中间层符合基板的表面及基板间的空间，且将压力释放到可接受的水平并扩散空气。这一加热过程（heat history）类似于在常规高压釜工艺中进行的加热过程，但并不受限于此。如图1所示，可在如精加工加热器单元14内加热处理结合的组件20，该精加工加热器单元14包括装有一组红外线加热器管11的加热炉外壳16、18，通过该红外线加热器管11将该组件20在输送机滚筒15的平台上输送，该输送机滚筒15由驱动马达17供应动力。可替换地，也可以使用对流加热器、微波和其它供应热量的等效形式或者其的组合等来

精加工层压板。

通常，在披露的方法中的温度超出通常的高压釜温度（120℃到150℃），因此加速了层压成型过程。依照本发明，在大约常压下，通过加热到大约115℃到230℃的温度范围内并持续优选大约0.5到180分钟的时间，更优选持续大约2到60分钟的时间，可以精加工预压件组件。当层压PVB板的含水量在所述的含水量范围的下部区间（0.01到0.2%）时，优选使用在所述温度范围的上部区间内的精加工温度；当使用PVB板的含水量小于大约0.20%的范围内时，特别优选大约150℃到220℃范围内的精加工温度。相反地，当层压PVB板的含水量在含水量的上部区间（0.20到大约0.35）时，优选使用在所述的温度范围的下部区间（125℃到大约150℃）的精加工温度。以实例方式，当使用含水量范围为0.28%的PVB板时，优选的精加工温度是大约130℃。在热处理之后，从加热炉内移除精加工的层压板，并将其冷却。优选在大气压力（非高压釜）下执行这个方法。尽管依照本发明不需要标准高压釜压力，但是可以使用受限的压力，优选小于大约3大气压，来提高层压板的精加工，而不形成气泡。

使用多重加热循环进行精加工步骤也在本发明的范围内。例如，可以是特征为初始均热、冷却到接近室温的温度、在可等于或不同于初次均热的温度下进行第二次均热和最后冷却到室温的双循环。其中在该PVB板的含水量在所指出范围的上部区间内，在温度是所指出范围的上部区间内的情况下，这种精加工步骤经常有助于加速PVB板的层压或能够使PVB板层压。各个加热循环的精加工温度范围可在115℃到230℃，持续时间为0.5到180分钟。可以紧接着执行这种加热步骤，或者可以在大量的时间间隔下分开进行这种加热步骤，因此可以在0到50000分钟的时间范围内进行中间冷却和/或保持步骤。中间冷却步骤的温度可在-20℃到100℃范围内。以实例方式，可通过将PVB板置于计划用30分钟加热到180℃的加热炉内、在60分钟的时间内冷却到30℃、再次用30分钟加热到180℃、最后用30分钟冷却到室温，以得到含水量为0.18%的PVB的预层压板。

在不同时间内进行结合和精加工步骤也在本发明的范围内。例如，使用本发明的工艺的結合部分，可以批量生产一系列预层压板，然后被容许冷却到室温。如在此叙述的，可在方便于层压机的更迟的时间内进行最后的加热精加工（如几个小时以后，第二天或以后的任何时间）。这种非连续操作型式很适合于批量工艺，在该操作中，提前生产所有的层压板、在（racks）支架上阶梯排列、并在最后的精加工步骤中集中加热，这类似于高压釜精加工步骤，但是不需使用高压釜的压力。

也可在工业上存在地安全玻璃层压成型生产线中连续执行本发明的工艺。常规生产线通常由主加热区、主排气辊隙、副加热区和副排气辊隙组成。例如，如在图2的实施例中所述的，为了执行本发明，可将这些生产线重新排列成主轧辊装置22、主加热器单元10（调节到大约40℃到130℃，优选大约70℃到100℃的结合温度）、轧辊装置12和精加工加热器单元14（调节到大约115℃到大约230℃，优选大约180℃的精加工温度）的结构。利用这种重排列，主轧辊装置22的轧辊13诱发组件20的PVB和玻璃间的微弱结合，而没有排气或将边缘密封。这种结合确保了PVB板在主加热器单元10进行主加热的过程中的尺寸稳定性，而没有对副辊隙的排气和边缘密封功能或结合步骤造成不利影响。如果玻璃和PVB的温度太低，以至于影响到这种结合，可在生产线的前方设置初级加热器单元26如短暂加热炉（short oven），以在主轧辊装置22之前将组件20的元件预热到正确的温度（如图3所示的结构，包括初级加热器单元26加热炉、主轧辊装置22、主加热器单元10加热炉、轧辊装置12、和带有一组加热炉的精加工加热器单元14）。

本发明并不受限于两玻璃板间的单层PVB的层压结构。也可以使用金属板或结构塑料板如聚碳酸酯板与PVB联合。也可以容易地实现可替换的结构如将多层PVB和聚亚胺酯层压到刚性基板如玻璃或聚碳酸酯板上。

例如，本发明范围内的层压板还包括第一玻璃板、PVB层、聚乙烯对苯二甲酸酯板（PET）、第二PVB层和第二玻璃层。在一些情况

下，层压板可包括将PVB夹在其中的金属或聚碳酸酯板。这儿可使用的其他组合或其他塑性材料为本领域技术人员所熟知。依照本发明，这儿可以使用的其他塑性材料包括聚亚胺酯、聚乙烯对苯二甲酸酯、聚氯乙稀、离子键树脂、聚烯烃橡胶和其他这种清楚的聚合物材料。另外，也可以容易地加入图案塑料层或具有专门性能特征的层如太阳能吸收或反射层等。

披露的方法也可以用于生产曲面玻璃层压板如自动挡风玻璃、尾灯和侧灯以及平板安全玻璃，如在多数建筑或安全应用中。披露的方法可用于生产非玻璃层压板，以及包含多于两块玻璃板的结构。例如可以用交错在聚碳酸酯层之间的PVB板来制备层压板。可替换地，利用本发明方法，可有利地制造具有玻璃和PVB交替的多层层压板。

#### 性能试验和特性

##### A) 光学质量

用肉眼看到的层压板的直观缺陷如气泡或玻璃和聚合物中间层没有完全接触的区域。通过将试验层压板置于高强度的氙光下可以估计光学畸变（透镜），并寻求由透镜效应产生的光斑或暗斑（light and dark patches），该光学畸变通过改变穿过层压板的中间层厚度而产生。

##### B) 击打附着

击打附着用于测量塑性材料到玻璃上的附着力。进行击打附着试验，来估计冲击消耗。为测量击打附着，准备安全玻璃，并使其处于-17℃下，且使用1磅的锤子击打，从而使玻璃破碎。将没有附着到PVB上的所有破碎玻璃去除。可将剩下的附着玻璃量与一组已知的击打等级标准比较，标准数字越高，附着到PVB中间层的剩余玻璃越多（即，在0击打时，没有玻璃剩下，而在击打标准数字为10时，100%的PVB层表面附着到玻璃上）。击打附着值没有单位。

##### C) 烘焙失效

将层压板置于100度的加热炉内16个小时，然后移除并目测检验气泡。置于层压板内的任何单个气泡在层压板周围的1/4英寸边界区域之外构成失效。如果没有在层压板内发现这种气泡，将层压板放回到加

热炉内，且将温度升高10℃，即升高至110℃。在110℃下的1个小时之后，再次检验层压板的气泡。去除任何不符合试验的层压板。将所有符合试验的层压板放回加热炉内，且将温度升高10℃。将层压板保持在该温度下一个小时。继续这一过程，直到所有层压板失效。

#### D) 煮沸失效

将层压板截面浸入沸水中两个小时，然后目测检验气泡形成。通过这个试验的层压板显示没有在层压板内产生气泡，在层压板周边的周围1/2英寸边界区域除外。

#### 实例

提供以下实例来进一步叙述本发明。这些实例是说明性的，不构成对本发明的范围的限制。除非另外指明，所有组分和百分比都是以重量计的。

#### 实例1:

将最初含有0.43%湿气的PVB板的五部分裁切得稍微大于所需的最终层压板尺寸，并将其置于调节在70℃的恒温恒压室内，该恒温恒压室的湿度水平可以变化。将PVB板调节至25%、25%、22%、14.5%和6%的相对湿度并分别标记成实例1、2、3、4和5。也将五对玻璃置于处于70℃和6%的相对湿度下的第一恒温恒压室内。一个小时十五分钟之后，将PVB和玻璃从加热炉内取出，组装成五块分离的预压件、修整并使其通过固体橡胶辊隙（0.5fpm（0.0025m/s）；30PLI（536kg/m））。在通过辊隙之后，使用层压成型工业上通常的压力和温度过程来使第一预层压板（实例1）增压加温（185psi（1.28Mpa）和143℃，周期为一个小时）。将实例2和5的预层压板置于对流加热炉（在常压下）内，预热到180℃，并均热30分钟。将实例3的预层压板置于对流加热炉内预热到115℃，并均热180分钟。将实例4的预层压板置于对流加热炉内预热到130℃，并均热90分钟。

在冷却到室温之后，将层压板进行光学透明度、含湿量、烘焙失效性能和煮沸失效性能的试验（结果在表1中示出）。按重量计算，实例1含有0.36%的水，其在层压安全玻璃中普遍常见。其通过了所有的

光学检验，并在高温失效试验中进行得相当好。按重量计算，实例2的层压板的含水量也是0.36%。其在层压板的整个表面上显示出小的气泡，并因而没有通过所有的目测检验和高温失效试验。按重量计算，实例3的层压板的含水量是0.30%，且完全清楚，没有任何直观缺陷，其中该实例3的层压板是依照本发明的实施例来生产的。按重量计算，实例4的层压板的含水量是0.20%，且完全清楚，没有任何直观缺陷，其中该实例4的层压板是依照本发明的实施例来生产的。最后，按重量计算，实例5的层压板的含水量是0.11%，且完全清楚，没有任何直观缺陷，其中该实例5的层压板是依照本发明的优选实施例来生产的。实例3、4和5都通过了高温失效试验。实例5的层压板显示出230℃的极高烘焙失效温度。对于依照本发明的优选实施例制备的层压板（特征含水量范围是PVB板重量的大约0.03到大约0.18%）来说，这是典型的，其所制备的层压板的烘焙失效温度落在170℃到250℃范围内，这与依照现有技术生产的层压板的烘焙失效温度在115℃到160℃的范围相反。实例1、3、4和5的层压板都通过了光学试验，没有显示出气泡、未附着区域或者在高强度光之下的重大光学畸变。

表1

| 实例 # | 结构             | 湿度 % | 目测 | 烘焙失效 | 煮沸  |
|------|----------------|------|----|------|-----|
| 1    | 高含水量产品（热压处理的的） | 0.36 | 通过 | 130℃ | 通过  |
| 2    | 没有热压处理的        | 0.36 | 失败 | 失败   | 失败  |
| 3    | 没有热压处理的        | 0.30 | 通过 | 140℃ | --- |
| 4    | 没有热压处理的        | 0.20 | 通过 | 160℃ | --- |
| 5    | 没有热压处理的        | 0.11 | 通过 | 230℃ | 通过  |

#### 实例2:

将标记实例1到4的PVB的四部分裁切得稍微大约最终层压板的所要尺寸。将实例1（控制）从由Solutia Inc.生产的标准商业板上裁初。实例2与控制（实例1）相同，除了其每千克未增塑设置中含有0.76克

magnesium-di-2-ethyl butyrate和0.29克的醋酸钾之外。实例3与控制相同（实例1），除了其每千克未增塑树脂中含有1.016克magnesium-di-2-ethyl butyrate和0.392克醋酸钾之外。实例4与实例1相同，除了其每千克未增塑树脂中含有1.27克magnesium-di-2-ethyl butyrate和0.49克醋酸钾之外。

可从美国的Pittsburgh Pennsylvania的PITTSBURGH PAINT AND GLASS COMPANY得到用于制造实例1、2、3、4中的层压板的玻璃，且已知可以产生PVB与玻璃间的附着力，该附着力可与玻璃工业所生产的附着力相比。

将玻璃和PVB置于6%RH环境的70℃加热炉内60分钟的时间。然后将其从加热炉内取出，组装成预压件、修整、通过固体橡胶辊隙（0.5fpm（0.0025m/s）；30PLI（536kg/m）），并在180℃的对流加热炉内加热30分钟。

使用在性能试验部分中叙述的击打试验对将成品层压板进行附着力试验。结果表明，存在多种方法将依照本发明制备的层压板中的附着力减至中等水平。将成品层压板中的中间层含湿量确定为0.08%到0.10%重量百分比范围内。

表2

| 实例 # | 添加剂     | 最初等级 | 击打附着 |
|------|---------|------|------|
| 1    | 没有      | PPG  | 8.0  |
| 2    | 加入少量盐   | PPG  | 5.8  |
| 3    | 加入中等量的盐 | PPG  | 3.8  |
| 4    | 加入很多量的盐 | PPG  | 2.8  |

#### 实例3:

将PVB板的部分裁切得稍微大于最终层压板所需的尺寸，且将其置于6%RH环境的70℃加热炉内20到30分钟，或者直到板内含水量降低至0.1重量百分比为止，其中该PVB板没有玻璃支撑。将两块玻璃也置于加热炉内，且容许稳定在70℃。然后将PVB和玻璃从加热炉内移

除、置于室温下、修整并通过固体橡胶辊隙（0.5fpm（0.0025m/s）；30PLI（536kg/m））。在通过辊隙之后，将层压板置于对流加热炉内（在大气压力下），该对流加热炉已经被预热至180℃，并均热10分钟。然后将其从加热炉内取出，并将其冷却。可以期望的是，性能特性应与上述实例1中的实例5具有可比性。

#### 实例4:

将PVB卷展开到加热至50℃、6%RH的室内。板在室内的停留时间是25-35分钟，将含水量充分降低到0.1重量百分比之下。在离开室之后，PVB被置于两玻璃板之间并在层压板边缘被修整。如附图1所示，然后将层压板20移至输送机滚筒15上，在该处，其被IR加热器管11加热到70℃、穿过轧辊13（30PLI（536kg/m）；以0.5fpm（0.0025m/s）旋转）并移动通过精加工加热器单元14（其中IR加热器管11在3分钟内将层压板20加热到175℃，没有高温保持时间）。在一个短的冷却区域之后，层压板20被从输送机滚筒15的终端（在图1中的从左向右）移除。可以期望的是，性能特性应与上述实例1中的实例5具有可比性。

#### 实例5:

将PVB卷展开到加热至50℃、6%RH的室内。板在室内的停留时间是25-35分钟，将含水量充分降低到0.10重量百分比之下。在离开室之后，PVB被置于两曲面玻璃板，如在汽车侧灯中所使用的曲面玻璃板之间，并修整层压板边缘。然后将层压板移至输送机上，在该处，其被对流加热器加热到70℃、穿过分隔的轧辊13（多个滚压圆盘，大约1英寸厚，各个都在30PLI（536kg/m）下，以0.5fpm（0.0025m/s）旋转）并移动通过连续的对流加热区域，该对流加热区域将层压板加热到160℃并保温20分钟。在一个短的冷却区域之后，层压板被从输送机移除。可以期望的是，性能特性应与上述实例1中的实例5具有可比性。

#### 实例6:

将含水量为0.1重量百分比的PVB卷展开到玻璃板上。将第二玻璃板置于顶部，修整组件，以去除多余的PVB。参考图5，层压板20的组

件迅速穿过在30PLI和10fpm下操作的主轧辊装置组件23，以便诱导玻璃和PVB之间轻微结合，但是这种结合不足以密封边缘。然后将层压板20移动通过IR加热的主加热器单元10，在此处，层压板组件被迅速加热至70℃。一旦被加热，层压板20就穿过也设置在30PLI(536kg/m)和10fpm(0.051m/s)下操作的第二轧辊装置组件12，该组件12将玻璃/PVB界面上的气体排出、将材料结合在一起并将边缘密封，以阻止空气再次进入。成品层压板20从轧辊装置组件12离开，到滚筒平台28上，然后分段放置在支架30上。这一步骤是重复的，直到支架30上充满结合的但是未成品的层压板20。支架30然后滚动到精加工加热器单元32，在这个情况中，较大加热炉将整个组件加热到180℃并在冷却到室温之前保温20分钟。可以期望的是，性能特性应与上述实例1中的实例5具有可比性。

#### 实例7:

将含水量为0.1重量百分比的PVB卷展开到玻璃板上。将第二玻璃板置于顶部，修整组件，以去除多余的PVB。参考图4，玻璃/PVB/玻璃层压板20的组件迅速穿过在30PLI(536kg/m)和3fpm(0.015m/s)下操作的主轧辊装置组件23，以便使玻璃和PVB之间轻微结合，但是这种结合不足以密封边缘。然后将层压板20移动通过IR加热的主加热器单元10，在此处，层压板组件被迅速加热至70℃。一旦被加热，层压板20就穿过也设置在30PLI(536kg/m)和3fpm(0.015m/s)下操作的第二轧辊装置组件12，该组件12将玻璃/PVB界面上的气体排出、将材料结合在一起并将边缘密封，以阻止空气再次进入。离开轧辊装置组件12，层压板20(在预层压板阶段)被垂直输送机单元33倒立，且穿过精加工加热器单元34加工，在这一结构中，包括加热炉，其包括加热到200℃的对流加热区，随后是短暂(short)冷却区域。在加热和冷却部分的总时间分别是30分钟和10分钟。(连续的垂直输送机在层压成型工业中是常见的，能够从位于Sweden的Tamglass购买)。可以期望的是，性能特性应与上述实例1中的实例5具有可比性。

在不偏离由附属权利要求所限定的本发明的精神和范围的情况

下，可以对本发明的上面的详细叙述作出一定优化。因而，所有的情況都包含在以上叙述中，或者在附图中示出，该附图本质上被解释为说明而非限制。

图1

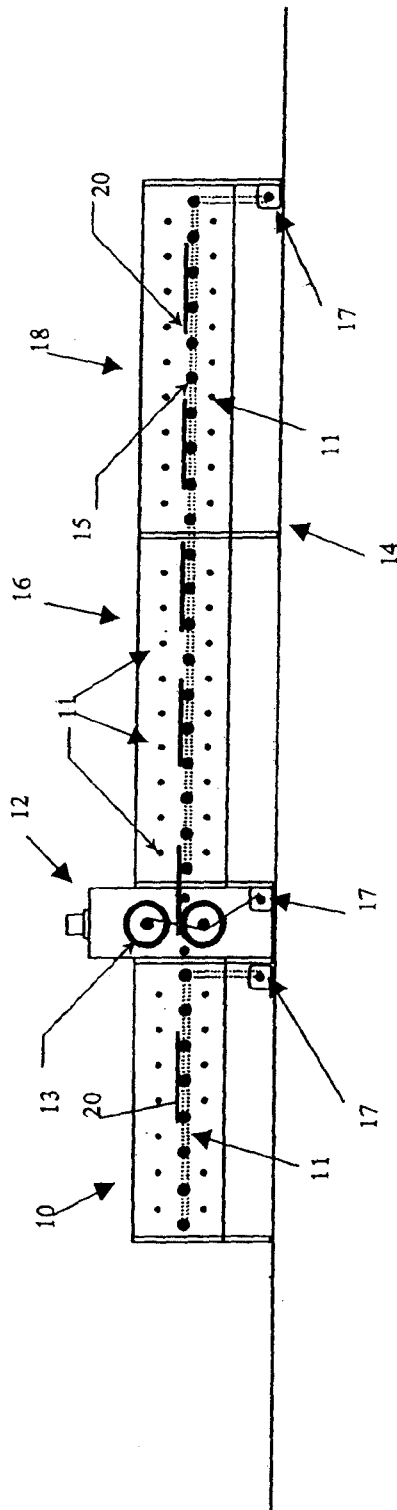


图2

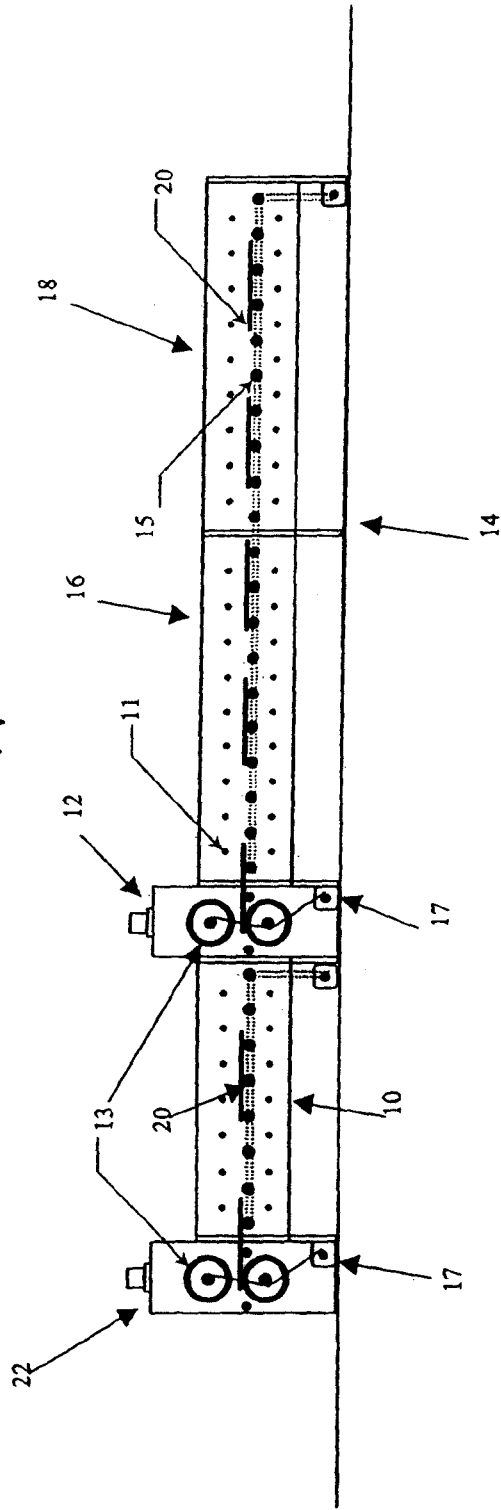


图 3

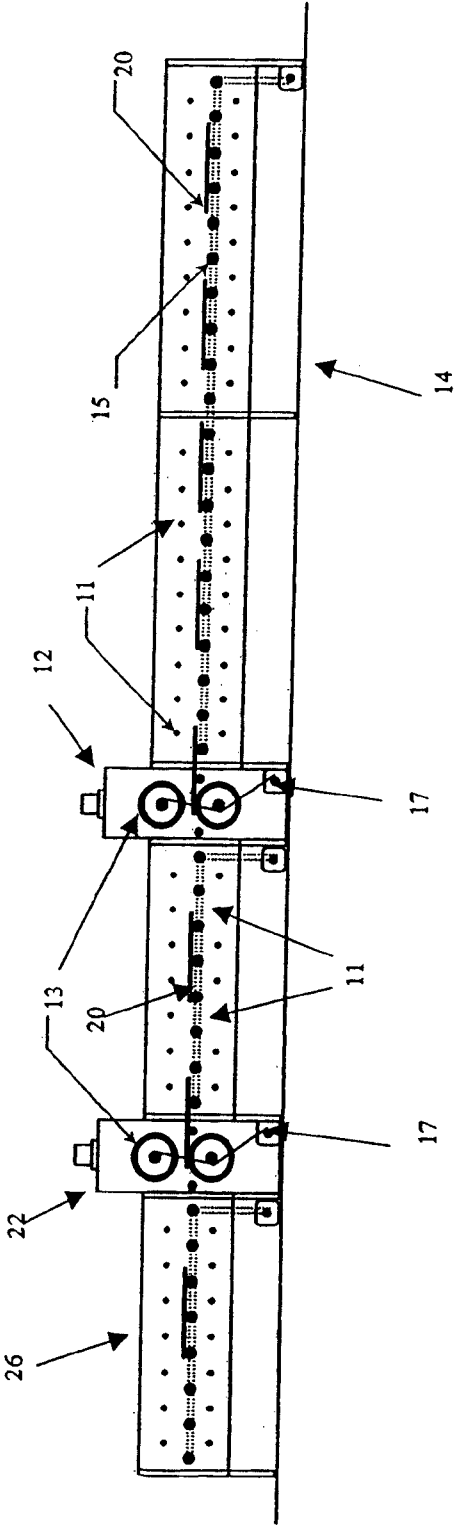


图 4

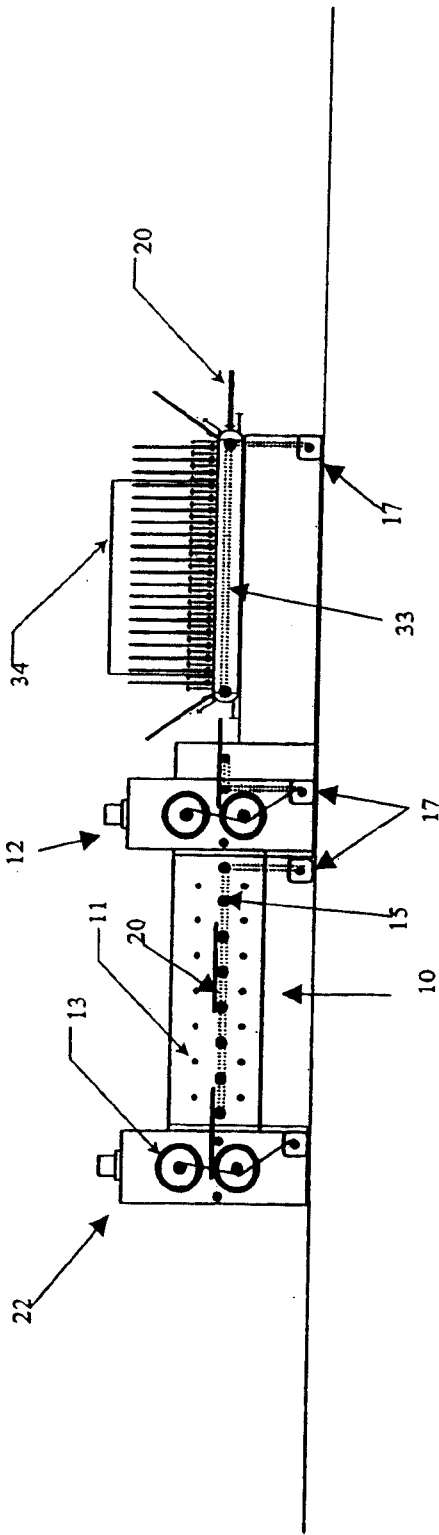


图 5

