

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
—
**INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE**
—
COURBEVOIE
—

①① **N° de publication :** **3 069 187**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)
②① **N° d'enregistrement national :** **17 57020**
⑤① Int Cl⁸ : **B 32 B 7/02** (2017.01), B 32 B 17/10, B 32 B 25/08,
B 32 B 27/08, B 32 B 27/30, B 32 B 27/36

①②

BREVET D'INVENTION

B1

⑤④ POLYMERE HYBRIDE POUR INTERCALAIRE PLASTIQUE VISCOELASTIQUE.

②② **Date de dépôt :** 24.07.17.

③③ **Priorité :**

④③ **Date de mise à la disposition du public
de la demande :** 25.01.19 Bulletin 19/04.

④⑤ **Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention :** 02.08.19 Bulletin 19/31.

⑤⑥ **Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :**

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑥⑥ **Références à d'autres documents nationaux
apparentés :**

Demande(s) d'extension :

⑦① **Demandeur(s) :** SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE
— FR.

⑦② **Inventeur(s) :** BOUILLET FABIEN, SHACKLEFORD
DAVID et REBUFA JOCELYN.

⑦③ **Titulaire(s) :** SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE.

⑦④ **Mandataire(s) :** SAINT-GOBAIN RECHERCHE.

FR 3 069 187 - B1



Polymère hybride pour intercalaire plastique viscoélastique

L'invention concerne un intercalaire plastique viscoélastique destiné à être incorporé entre deux feuilles de verre pour former un vitrage feuilleté ayant des propriétés d'amortissement vibro-acoustiques, destiné à un engin de locomotion, en particulier un véhicule automobile. L'invention concerne également un procédé de fabrication d'un tel intercalaire, en particulier via un procédé de dépôt par voie liquide.

Les vitrages de protection acoustique sont utilisés dans le domaine des transports, ainsi que dans le bâtiment. Afin d'améliorer le confort acoustique, les bruits, tels que ceux émis par le moteur, les roulements ou les suspensions, sont amortis à leur origine et au cours de leur propagation aérienne ou solidienne.

Dans le domaine des transports en particulier, la limitation de l'épaisseur et donc de la masse globale des vitrages est une problématique de première importance.

Dans ce contexte, il est connu de mettre en œuvre des vitrages de type feuilletés ayant une épaisseur inférieure à 6 mm. Ces vitrages feuilletés se présentent généralement sous la forme d'un intercalaire agencé entre deux feuilles de verre extérieures suivant un procédé connu de fabrication de vitrages feuilletés, par exemple par assemblage à chaud et sous pression.

Dans le cas d'un vitrage feuilleté ayant des propriétés d'amortissement vibro-acoustiques, cet intercalaire est lui-même composé d'une couche interne agencée entre deux couches externes de colle thermoplastique. De manière connue, la couche interne est constituée d'un polymère viscoélastique qui, même en couches relativement minces, produit un effet antibruit. Ce polymère doit remplir à long terme, c'est-à-dire pendant toute la durée de vie du véhicule, toutes les conditions inhérentes au domaine de transport ciblé. Font partie de ces conditions un faible degré de turbidité, une grande transparence et une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion. En outre, ce polymère doit assurer un assemblage de qualité et durable avec les couches adjacentes et conserver ses bonnes propriétés d'amortissement de bruit, même à des températures extrêmes.

A noter de plus qu'au regard des exigences techniques intrinsèques au domaine des transports, l'intercalaire ne peut pas nuire aux propriétés du vitrage en terme de sécurité. Ainsi, dans le cas d'une application pare-brise, le vitrage doit en particulier

présenter une rigidité suffisante pour satisfaire à toutes les conditions du règlement No. 43 des Nations Unies (dit règlement R43) de résistance mécanique aux chocs durs.

Afin de répondre à ces différentes exigences techniques, il est connu de mettre en œuvre un intercalaire tri-couche en PVB acoustique constitué d'une couche interne en PVB souple, agencée entre deux couches de PVB standard.

Compte tenu de la demande constante du marché des véhicules pour une amélioration du confort acoustique, il existe cependant un besoin de fournir un intercalaire pour vitrage feuilleté présentant une isolation acoustique améliorée, tant aérienne que solidienne, en particulier à la fréquence de coïncidence, tout en conservant des caractéristiques satisfaisantes en termes de rigidité, de finesse, et de légèreté.

La présente invention répond à ce besoin. Plus particulièrement, dans au moins un mode de réalisation, la technique proposée se rapporte à un intercalaire plastique viscoélastique destiné à être agencé entre deux feuilles de verre d'un vitrage pour lui procurer des propriétés d'amortissement vibro-acoustiques, l'intercalaire comprenant :

- deux couches externes en colle thermoplastique, préférentiellement en polyvinylbutyral (PVB) standard, dont l'épaisseur est préférentiellement comprise entre 0,2 et 0,8 mm,
- une couche interne agencée entre les deux couches externes, ladite couche interne ayant un facteur de perte $\tan \delta$ supérieur ou égal à 1,6, à 20°C et pour une gamme de fréquences comprise entre 2 kHz et 8 kHz, et
- une première et une deuxième couches barrières agencées respectivement entre lesdites couches externes et la couche interne, et composées d'un matériau plastique viscoélastique, préférentiellement du polyester, en particulier du téréphtalate de polyéthylène (PET).

Dans la suite de la description, les termes « colle thermoplastique » désignent les différentes résines et/ou films permettant de qualifier le type d'intercalaire mis en œuvre. Les colles thermoplastiques, également nommées « peaux » dans le contexte d'un intercalaire multi-couche, forment ainsi un groupe comprenant au moins le polyvinylbutyral (PVB), l'acétate de vinyle-éthylène (EVA), les polymères Ionoplast, le polyuréthane thermoplastique (TPU) et les résines de coulée.

Les termes « PVB standard » désignent un film de PVB dans lequel :

- 5 - le taux molaire de PVB est supérieur à 42%, préférentiellement supérieur à 44%, préférentiellement supérieur à 46%, préférentiellement supérieur à 48%, préférentiellement supérieur à 50%, préférentiellement supérieur à 52%, préférentiellement supérieur à 53%, préférentiellement supérieur à 53,5%,
10 préférentiellement supérieur à 54%, préférentiellement supérieur à 54,5%, préférentiellement supérieur à 55%, préférentiellement supérieur à 55,5%, et est inférieur à 60%, préférentiellement inférieur à 59,5%, préférentiellement inférieur à 59%, préférentiellement inférieur à 58,5%, préférentiellement inférieur à 58%, préférentiellement inférieur à 58,5%, préférentiellement inférieur à 58%,
15 préférentiellement inférieur à 57,5%, préférentiellement inférieur à 57%, préférentiellement inférieur à 56,5%,
20 - le taux massique de plastifiants exprimé en parts pour 100 parts de résine de PVB (phr) est supérieur à 5 phr, préférentiellement supérieur à 10 phr, préférentiellement supérieur à 20 phr, préférentiellement supérieur à 22,5 phr, préférentiellement supérieur à 25 phr, et est inférieur à 120 phr, préférentiellement inférieur à 110 phr, préférentiellement inférieur à 90 phr, préférentiellement inférieur à 75 phr, préférentiellement inférieur à 60 phr, préférentiellement inférieur à 50 phr, préférentiellement inférieur à 40 phr, préférentiellement inférieur à 35 phr, préférentiellement inférieur à 30 phr,
25 - la température de transition vitreuse pour une fréquence de 100 Hz, est supérieure à 30°C, préférentiellement supérieure à 40°C, et est inférieure à 60°C, préférentiellement inférieure à 56°C.

25 Selon un aspect particulier de l'invention, l'épaisseur des couches externes de colle thermoplastique est supérieure à 0,2 mm, afin de ne peut pas nuire par une trop faible rigidité aux propriétés du vitrage en terme de sécurité.

30 Les termes « couches barrière » qualifient deux couches dont la fonction est d'empêcher toute diffusion chimique entre la couche interne, également nommée « cœur », et les couches externes, également nommées « peaux ». Selon un mode de réalisation particulier, au moins une de ces couches barrière est composée de PET. En plus des caractéristiques avantageuses mentionnées ci-dessus, les propriétés superficielles du PET font qu'il peut s'unir aussi bien au matériau constituant le cœur qu'aux couches de colle thermoplastique, de sorte que les vitrages feuilletés selon

l'invention satisfait à toutes les exigences techniques requises même en ce qui concerne la résistance à long terme et la sécurité.

Le facteur de perte $\tan \delta$ correspond au ratio entre l'énergie dissipée sous forme calorique et l'énergie de déformation élastique. Il correspond donc à une caractéristique technique propre à la nature d'un matériau et traduit sa capacité à dissiper l'énergie, en particulier les ondes acoustiques. Ce facteur de perte $\tan \delta$ varie en fonction de la température et de la fréquence de l'onde incidente. Pour une fréquence donnée, le facteur de perte atteint sa valeur maximale à une température, dite température de transition vitreuse. Ce facteur de perte $\tan \delta$ peut être estimé à l'aide d'un viscoanalyseur ou de tout autre dispositif connu adéquate. A noter que le facteur de perte $\tan \delta$ la couche interne détermine le facteur de perte $\tan \delta$ de l'intercalaire, qui est sensiblement de même valeur, tant que la fraction volumique de la couche interne n'est pas trop faible.

L'invention repose sur un concept nouveau et inventif consistant à fournir un intercalaire dont les caractéristiques de cœur permettent d'obtenir un vitrage feuilleté présentant une isolation acoustique améliorée, tant aérienne que solidienne, tout en conservant des caractéristiques satisfaisantes en termes de rigidité, de finesse, et de légèreté. Il a été observé que cette amélioration de l'isolation acoustique est significative dans la gamme de fréquence comprise entre 2000 Hz et 8000 Hz, domaine dans lequel l'oreille humaine est la plus sensible, et en particulier au niveau de la fréquence de coïncidence, à laquelle les vitrages présentent habituellement une chute de leurs performances d'isolation acoustique.

Selon un aspect particulier de l'invention, ledit facteur de perte $\tan \delta$ de la couche interne est supérieur ou égal à 2, préférentiellement 2,5, préférentiellement 3, préférentiellement 3,5, préférentiellement 4, préférentiellement 4,5.

La mise en œuvre d'un intercalaire dont le cœur présente un facteur de perte $\tan \delta$ relativement plus élevé permet d'améliorer d'autant plus les performances d'isolation acoustique de l'intercalaire et du vitrage qui en est doté.

Selon un mode de réalisation, la couche interne présente un paramètre de cisaillement $g=G'/e$ compris entre $4,3 \cdot 10^9$ et $4,5 \cdot 10^{10}$ Pa/m, à 20°C et pour une gamme de fréquences comprise entre 2 kHz et 8 kHz, G' étant le module de cisaillement de la couche interne et e l'épaisseur de la couche interne.

Une couche interne présentant de telles caractéristiques mécaniques en cisaillement confère à l'intercalaire qui en est doté une rigidité et des performances d'isolation acoustique satisfaisantes.

5 Selon un aspect particulier de l'invention, l'intercalaire présente un paramètre de cisaillement $g=G'/e$ compris entre $4,8.10^9$ et $5,1.10^{10}$ Pa/m, à 20°C et pour une gamme de fréquences comprise entre 2 kHz et 8 kHz, G' étant le module de cisaillement de l'intercalaire et e l'épaisseur de l'intercalaire.

Un intercalaire doté de telles caractéristiques mécaniques en cisaillement présente une rigidité et des performances d'isolation acoustique satisfaisantes.

10 Selon un aspect particulier de l'invention, la couche interne est un colloïde, préférentiellement une émulsion, préférentiellement une émulsion aqueuse d'au moins un polymère.

Dans la suite de la description, le terme « colloïde » se réfère à une suspension d'une ou plusieurs substances, dispersées régulièrement dans une autre substance, 15 formant un système à deux phases séparées. Dans un fluide, ce colloïde forme une dispersion homogène de particules dont les dimensions vont du nanomètre au micromètre. Une émulsion est un colloïde dans lequel ces substances sont à l'état liquide. Dans la littérature scientifique, une émulsion aqueuse de polymère est également nommée « latex de polymère », ces deux expressions étant équivalentes.

20 Les colloïdes présents sur le marché, et en particulier les émulsions de polymères ont pour particularité de présenter un aspect laiteux. Cette opacité au moins partielle constitue *a priori* un inconvénient rédhibitoire interdisant toute mise en œuvre entre deux feuilles de verre qui se veulent transparentes. En outre, les colloïdes ne sont pas toujours adaptés pour être déposés sous forme de couches d'épaisseur réduite. La 25 fabrication d'un intercalaire comprenant un colloïde pour matériau de cœur, qui plus est à une échelle industrielle, semble donc *a priori* à écarter. Ce sont entre autres pour ces raisons que les colloïdes ne sont normalement pas mis en œuvre dans le domaine des verres feuilletés.

Pourtant, de façon surprenante, il a été constaté par les inventeurs que certains 30 types de colloïdes, une fois intégrés au sein d'un intercalaire selon l'invention, présentent des propriétés d'amortissement acoustique remarquables, tout en satisfaisant les autres exigences techniques attendues d'un matériau de cœur. Afin d'obtenir ce résultat,

plusieurs préjugés techniques ont été vaincus par les inventeurs. Ainsi, il a constaté en premier lieu que le colloïde, si déposé sous la forme d'une couche d'épaisseur réduite dont l'épaisseur est de l'ordre du micromètre, perd son aspect laiteux et gagne suffisamment en transparence pour qu'une intégration au sein d'un dispositif optique soit envisageable. En outre, un procédé de dépôt par voie liquide a été développé par les inventeurs, tel que décrit dans la suite de la description, afin de permettre le dépôt et l'intégration d'un cœur composé d'un tel colloïde au sein d'un intercalaire.

Selon un aspect particulier de l'invention, la couche interne est une émulsion aqueuse d'au moins deux polymères structurés en réseaux interpénétrant, lesdits deux polymères étant préférentiellement l'acrylate et l'acrylique.

Selon ce mode de réalisation, les deux polymères structurés en réseaux interpénétrant forment une unique particule en suspension dans de l'eau.

Selon un aspect particulier de l'invention, la couche interne comprend entre 33 et 65% massique de polymère d'acrylate et entre 25 et 40% massique d'eau.

Une telle couche interne est caractérisée par un facteur de perte $\tan \delta$ supérieur ou égal à 3, et présente par conséquent d'excellentes performances d'isolation acoustique.

Selon un aspect particulier de l'invention, ladite couche interne a une épaisseur comprise entre 0,5 et 50 micromètres, préférentiellement entre 10 et 40 micromètres, préférentiellement entre 20 et 30 micromètres.

La mise en œuvre d'un cœur dont l'épaisseur est de l'ordre du micromètre permet de réduire les risques d'écoulement du matériau constituant le cœur au moment de son dépôt, les efforts de cisaillement étant à cette épaisseur les mêmes que ceux de la couche interne pour les PVBs acoustiques classiques. L'adoption d'une telle épaisseur permet donc de surmonter une difficulté technique *a priori* rédhibitoire pour l'intégration d'une telle émulsion en tant que matériau de cœur.

Selon un aspect particulier de l'invention, la fraction volumique de la couche interne sur l'intercalaire est comprise entre 0.2 % et 8%, préférentiellement entre 0.5 % et 6%, préférentiellement entre 2,5 et 4%.

La sélection d'une telle valeur fraction volumique de la couche interne sur l'intercalaire offre un compromis satisfaisant entre l'exigence de rigidité d'une part et la performance de l'isolation acoustique d'autre part.

Selon un mode de réalisation de l'invention, lesdites première et deuxième couches barrières ont chacune une épaisseur comprise entre 1 et 50 micromètres, préférentiellement entre 1 et 30 micromètres, préférentiellement entre 5 et 15 micromètres.

5 Cette épaisseur doit ainsi être suffisamment épaisse pour ne pas permettre la migration d'espèces chimiques entre la couche interne 3 et les couches externes (4, 5). *A contrario*, au-delà d'une certaine valeur d'épaisseur de couche externe (4, 5), l'accroissement de la rigidité de l'intercalaire est trop important et pose problème lors de la mise en forme de l'intercalaire.

10 Selon un mode de réalisation de l'invention, l'intercalaire est teinté dans la masse sur une partie de sa surface et/ou possède une section transversale diminuant en forme en coin du haut vers le bas d'un vitrage feuilleté dans lequel il est destiné à être agencé et/ou comprend des particules avec une fonction de filtre au rayonnement infrarouge.

L'invention concerne également un vitrage feuilleté comprenant :

- 15 - une première feuille de verre,
 - une deuxième feuille de verre,
 - un intercalaire tel que décrit ci-dessus, l'intercalaire étant agencé entre les première et deuxième feuilles de verre.

20 Les avantages techniques conférés par un intercalaire selon l'invention, tels qu'ils sont décrits dans le présent texte, se rapportent également à un vitrage feuilleté intégrant un tel intercalaire.

25 Selon un aspect particulier de l'invention, ladite première feuille de verre a une épaisseur comprise entre 0,5 et 2,1 mm, préférentiellement entre 1,4 et 2,1 mm, et ladite deuxième feuille de verre a une épaisseur comprise entre 0,5 et 2,1 mm, préférentiellement entre 1,1 et 1,6 mm.

L'invention concerne également l'utilisation d'un vitrage tel que décrit ci-dessus comme pare-brise de véhicule.

L'invention concerne également l'utilisation d'un vitrage tel que décrit ci-dessus comme vitrage de bâtiment, soit en vitrage simple, soit intégré dans un vitrage multiple.

30 L'invention concerne également un procédé de fabrication d'un intercalaire tel que décrit ci-dessus, comprenant au moins une étape de dépôt sur la première ou la deuxième couche barrière, via un procédé de dépôt par voie liquide, d'une couche

interne constituée d'une solution obtenue par dilution d'une émulsion aqueuse d'au moins un polymère, dans un volume d'eau supérieur ou égal à 1,5 fois le volume de ladite émulsion.

5 Le dépôt par voie liquide d'une solution d'émulsion aqueuse ayant été préalablement diluée dans un volume d'eau supérieur ou égal à 1,5 fois à son propre volume permet de réduire la viscosité du mélange et donc de permettre son dépôt subséquent sous la forme d'une couche d'épaisseur réduite.

10 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention sont décrits dans la suite du texte, au regard des dessins sur lesquels :

- La figure 1 est une vue schématique en coupe d'un vitrage selon un mode de réalisation particulier de l'invention ;
- La figure 2 est un graphique représentant une évaluation des propriétés de l'isolation au bruit aérien (STL - *Sound Transmission Loss* en anglais) en fonction de la fréquence, pour un vitrage feuilleté selon l'invention et pour un vitrage feuilleté
15 connu ;
- La figure 3 est un diagramme de flux d'un procédé de fabrication d'un intercalaire selon un mode de réalisation de l'invention.

20 Les numéros de référence qui sont identiques sur les différentes figures représentent des éléments similaires ou identiques.

Notons que l'expression « compris(e) entre ... et ... » inclut les bornes dans l'intervalle.

25 L'invention se rapporte à un intercalaire plastique viscoélastique destiné à être agencé entre deux feuilles de verre (1, 2) d'un vitrage pour lui procurer des propriétés d'amortissement vibro-acoustiques, l'intercalaire comprenant :

- deux couches externes (4, 5) en colle thermoplastique,
- une couche interne 3 agencée entre les deux couches externes (4, 5), ladite couche interne 3 ayant un facteur de perte $\tan \delta$ supérieur ou égal à 1,6, à 20°C et
30 pour une gamme de fréquences comprise entre 2 kHz et 8 kHz, et

- une première et une deuxième couches barrières (6, 7) agencées respectivement entre lesdites couches externes (4, 5) et la couche interne 3, et composées d'un matériau plastique viscoélastique.

Il peut donc être considéré que l'intercalaire comporte au total trois couches actives dans l'effort d'isolation acoustique, séparées entre elles par des couches barrières dont la fonction est d'empêcher toute diffusion chimique entre la couche interne 3 et les couches externes (4, 5). Cette structure d'intercalaire, en particulier cette alternance de couches plus rigides et moins amorties et d'une couche moins rigide et plus amortie, confère au vitrage une amélioration de ses propriétés d'isolation acoustique, en particulier dans une gamme de fréquence comprise entre 2000 Hz et 8000 Hz.

L'intercalaire selon l'invention est destiné à être incorporé entre deux feuilles de verre (1, 2) pour former un vitrage feuilleté.

La figure 1 représente une vue en coupe d'un vitrage selon un premier mode de réalisation de l'invention.

Le vitrage comprend deux feuilles de verre (1, 2) entre lesquelles est inséré l'intercalaire selon l'invention. Les couches externes (4, 5) sont ainsi en contact avec les feuilles de verre respectivement (1, 2). Le cœur 3 est intercalé entre une ces couches externes (4, 5). La solidarisation de l'intercalaire aux feuilles de verre est par exemple réalisée par des moyens connus, par exemple par empilement des feuilles de verre et de l'intercalaire et par passage de l'ensemble en autoclave.

L'épaisseur de chaque feuilles de verre (1, 2) est par exemple comprise entre 0,5 mm et 2,1 mm pour une application de vitrage automobile, par exemple de pare-brise, et entre 0,5 mm et 15,0 mm pour une application de vitrage bâtiment.

Dans le cas d'une application pare-brise, le vitrage satisfait à toutes les conditions du règlement No. 43 des Nations Unies (dit règlement R43) de résistance aux chocs durs pour assurer sa résistance mécanique.

Pour une application de vitrage automobile, la feuille de verre 1 du vitrage est destinée à être tournée vers l'extérieur du véhicule tandis que la feuille de verre 2 est destinée à être tournée vers l'intérieur du véhicule. La feuille de verre 1 est par exemple plus épaisse que la feuille de verre 2 de façon à ce que le vitrage permette une meilleure protection contre les attaques extérieures (intempéries, projection de gravillons, etc...).

Dans les vitrages automobiles existants, l'épaisseur de la feuille de verre 1 est en général de 2,1 mm et l'épaisseur de la feuille de verre 2 est en général de 1,6 mm.

Dans l'exemple de la figure 1, les couches externes (4, 5) sont composées de PVB standard. Ces couches externes (4, 5) ont un module de cisaillement G' supérieur ou égal à 1.10^8 Pa et un facteur de perte $\tan \delta$ inférieur à 0,4, à 20°C et pour une gamme de fréquences comprise entre 1 kHz et 10 kHz. Elles permettent ainsi une bonne tenue mécanique de l'intercalaire.

Le cœur 3 de l'intercalaire a une épaisseur de 25 micromètres et son volume représente environ 3% du volume total de l'intercalaire. La sélection d'une telle valeur fraction volumique de la couche interne 3 sur l'intercalaire offre un compromis satisfaisant entre l'exigence de rigidité d'une part et la performance de l'isolation acoustique d'autre part.

Le cœur 3 est par exemple constitué d'une émulsion aqueuse d'acrylate et d'acrylique, nommée QuietGlue®, qui est décrite dans le document brevet US2005/0050846. Selon un autre mode de réalisation, le cœur 3 peut également être composé de GreenGlue®.

Dans son usage connu, la colle industrielle QuietGlue®, d'aspect laiteux et de couleur jaune, est conditionnée et commercialisée sous forme de tubes ou de pots de grande contenance. Une telle colle est destinée à être appliquée par un ouvrier du bâtiment entre des plaques de matériaux pour la construction, en bois, métal, plastique et/ou plâtre. Ces matériaux ont pour point commun d'être totalement opaques. Après application, la couche de QuietGlue® présente généralement une épaisseur d'environ 1,6 mm.

La couleur jaune et l'opacité de la QuietGlue® constitue *a priori* un inconvénient rédhibitoire interdisant toute mise en œuvre entre deux feuilles de verre qui se veulent transparentes. En outre, la QuietGlue®, comme son nom l'indique, présente un fort pouvoir d'adhérence qui rend *a priori* impossible tout dépôt sous la forme d'une couche d'épaisseur réduite. Enfin, un temps de séchage important, compris entre 24 et 48 heures, est préconisé par le fabricant lors de l'application de cette colle. La fabrication d'un intercalaire comprenant de la QuietGlue® pour matériau de cœur semble donc *a priori* à écarter.

Pourtant, de façon surprenante, il a été constaté par les inventeurs que la QuietGlue®, une fois intégrée au sein d'un intercalaire sous la forme d'une couche d'épaisseur réduite, via un nouveau procédé de dépôt, présente des propriétés d'amortissement acoustique remarquables, tout en satisfaisant les autres exigences techniques attendues d'un matériau de cœur.

Afin d'obtenir ce résultat, plusieurs préjugés techniques ont été vaincus par les inventeurs. Ainsi, il a constaté en premier lieu que la QuietGlue®, si déposée sous la forme d'une couche dont l'épaisseur est de l'ordre du micromètre, perd son aspect laiteux et gagne suffisamment en transparence à une turbidité réduite pour qu'une intégration au sein de l'intercalaire puisse être envisagée. En outre, un procédé de dépôt par voie liquide a été développé par les inventeurs, tel que décrit dans la suite du texte, afin de permettre le dépôt et l'intégration d'un cœur composé de QuietGlue® au sein d'un intercalaire.

La caractérisation dynamique du film intercalaire est réalisée sur un viscoanalyseur du type viscoanalyseur Metravib, dans certaines conditions de mesures qui sont énoncées ci-après :

- sollicitation sinusoïdale,
- éprouvette dite de double cisaillement constituée de deux parallélépipèdes rectangles de dimension :
 - * épaisseur = 3,31 mm
 - * largeur = 10,38 mm
 - * hauteur = 6,44 mm
- amplitude dynamique : ± 5 mm autour de la position de repos,
- domaine de fréquence : 2000 à 8000 Hz
- température : 20°C.

Le viscoanalyseur permet de soumettre un échantillon de matériau à des sollicitations de déformations dans des conditions précises de température et de fréquence, et ainsi d'obtenir et de traiter l'ensemble des grandeurs rhéologique caractérisant le matériau. L'exploitation des données brutes des mesures de force, déplacement et déphasage, en fonction de la fréquence, à chaque température, permet

notamment le calcul de la composante élastique (ou module de cisaillement) G' , et du facteur de perte $\tan \delta$.

Suivant ce protocole expérimental, il a ainsi été mesuré qu'une couche d'épaisseur réduite de 25 micromètres d'épaisseur de QuietGlue® présente un facteur de perte $\tan \delta$ d'une valeur de 4, ainsi qu'un paramètre de cisaillement $g=G'/e$ compris entre $4,3 \cdot 10^9$ et $4,5 \cdot 10^{10}$ Pa/m, à 20°C et pour une gamme de fréquences comprise entre 2 kHz et 8 kHz

La figure 2 représente une courbe estimative des performances d'isolation au bruit aérien (STL en anglais) en fonction de la fréquence, évaluée sur deux vitrages feuilletés suivant la norme NF EN ISO 10140 et avec une taille d'échantillon de 0,8x0,5 m² : un vitrage feuilleté selon l'invention et un vitrage feuilleté connu.

Un premier vitrage feuilleté (nommé « connu ») comprend :

- deux feuilles de verre ayant chacune une épaisseur de 2,1 mm, et
- un intercalaire en PVB acoustique comprenant deux couches externes en PVB standard et une couche interne en plastique viscoélastique aux propriétés d'amortissement vibro-acoustique améliorées.

Le premier vitrage feuilleté correspond à une composition verrière de pare-brise classique avec un intercalaire aux propriétés d'amortissement acoustique connu. L'intercalaire pourrait par exemple être remplacé par l'intercalaire Trosifol VG+SC commercialisé par Kuraray ou par l'intercalaire Saflex® Vanceva Quiet QC41 commercialisé par Solutia ou encore par l'intercalaire S-Lec Acoustic Film HI-RZN12 commercialisé par Sekisui. Il s'agit du vitrage feuilleté nommé « connu ». Les propriétés d'amortissement acoustique de ce PVB acoustique restent limitées par la nature même de ce polymère, dont le facteur de perte $\tan \delta$ est généralement inférieur à 1,2, à 20°C et pour une gamme de fréquences comprise entre 2 kHz et 8 kHz.

La courbe d'isolation acoustique aux bruits aériens du premier vitrage feuilleté est représentée par des losanges.

Un deuxième vitrage feuilleté (nommé « selon l'invention ») comprend :

- deux feuilles de verre ayant chacune une épaisseur de 2,1 mm, et
- un intercalaire selon l'invention, comprenant deux couches externes en PVB standard et une couche interne d'une épaisseur de 25 microns en QuietGlue®.

Le deuxième vitrage feuilleté correspond à un vitrage feuilleté selon l'invention.

La courbe d'isolation acoustique aux bruits aériens du deuxième vitrage feuilleté est représentée par des carrés.

La courbe d'isolation acoustique aux bruits aériens (représentée par des carrés) du deuxième vitrage feuilleté montre une amélioration de l'isolation acoustique au bruit
5 aérien sur l'ensemble de la plage de fréquences, c'est-à-dire entre 2000 Hz et 8000 Hz, par rapport au premier vitrage feuilleté de référence. C'est en particulier dans la région comprise environ entre 2000 et 8000 Hz et dans la région de la fréquence de coïncidence à environ 6300 Hz, dans lesquelles les courbes d'amortissement des vitrages présentent les creux les plus grands dans le cas du vitrage feuilleté habituel, que les degrés
10 d'amortissement du bruit mesurés sont nettement plus élevés. On observe ainsi à la fréquence de coïncidence un gain en isolation acoustique de 3,4 dB entre les valeurs respectives de 37,7 dB pour le PVB acoustique et de 41,2 dB pour l'intercalaire selon l'invention. Une amélioration considérable de l'amortissement du bruit est donc atteinte dans l'ensemble.

15 On peut ainsi observer un effet remarquable résultant de l'assemblage de plusieurs couches de matériaux viscoélastiques de propriétés et de natures différentes (en terme d'amortissement et de rigidité mécanique) dont l'ensemble décrit un intercalaire d'isolation acoustique de nouvelle génération à la fois plus amorti tout en étant autant voire plus rigide qu'un PVB acoustique classique.

20 L'invention concerne également un vitrage feuilleté comprenant :

- deux feuilles de verre ayant chacune une épaisseur de 2,1 mm, et
- un intercalaire selon l'invention, par exemple comprenant un cœur de QuietGlue® de 25 micromètres d'épaisseur.

25 La technique selon l'invention propose un vitrage feuilleté pour véhicule comprenant un film intercalaire possédant un bon amortissement des bruits transmis par les solides. Cet amortissement peut aussi répondre aux critères d'isolement aux bruits aérodynamiques et aux bruits extérieurs. Ainsi, le vitrage selon l'invention permet d'obtenir une bonne protection acoustique générale.

L'intercalaire selon l'invention peut en outre :

- 30
- être teinté dans la masse sur une partie de sa surface, pour permettre un respect de l'intimité des personnes à l'intérieur d'un véhicule ou encore pour protéger le

conducteur d'un véhicule contre l'éblouissement à la lumière du soleil ou simplement pour un effet esthétique, et/ou

- avoir une section transversale diminuant en forme en coin du haut vers le bas du vitrage feuilleté pour permettre au vitrage feuilleté d'être utilisé comme écran de système de visualisation tête haute (appelé HUD ou Head Up Display), et/ou
- comprendre des particules avec une fonction de filtre au rayonnement infrarouge pour limiter la hausse de température à l'intérieur d'un véhicule due au rayonnement infrarouge du soleil, pour améliorer le confort des passagers.

10 L'invention concerne également un procédé de fabrication d'un intercalaire tel que décrit ci-dessus.

Une quantité donnée d'une émulsion aqueuse d'au moins un polymère, par exemple du QuietGlue®, est en premier lieu diluée (étape S1) dans au moins une fois et demi, voire 3 (trois) fois, son volume en eau, afin notamment de réduire la viscosité du mélange et donc de permettre son dépôt subséquent sous la forme d'une couche d'épaisseur réduite.

L'ensemble est par la suite déposé (étape S2) via un procédé de dépôt par voie liquide sur une première couche externe 4 en PVB classique surmontée d'une couche barrière 6 en PET.

20 Le tout est ensuite séché (étape S3) pendant 1 heure, à une température de 80°C. Compte tenu de la très faible épaisseur du cœur 3, le temps de séchage normalement préconisé pour la QuietGlue® est significativement réduit, rendant industriellement viable son utilisation comme matériau de cœur. La transparence de la QuietGlue® est également considérablement accrue, au point de permettre sa mise en œuvre au sein d'un dispositif

25 optique. A noter que selon des modes de réalisation alternatifs, il est possible de faire varier le temps et/ou la température de séchage de la QuietGlue®, sans sortir du champ de l'invention.

Suite à l'étape de séchage S3, la QuietGlue® retrouve sa composition initiale. Elle peut alors être recouverte (étape S4) d'une deuxième couche barrière 7 en PET puis d'une

30 deuxième couche externe 5 en PVB standard. On obtient ainsi un intercalaire selon l'invention.

RENDICATIONS

1. Intercalaire plastique viscoélastique destiné à être agencé entre deux feuilles de verre (1, 2) d'un vitrage pour lui procurer des propriétés d'amortissement vibro-acoustiques, l'intercalaire comprenant :
- 5 - deux couches externes (4, 5) en colle thermoplastique, préférentiellement en polyvinylbutyral (PVB) standard, dont l'épaisseur est préférentiellement comprise entre 0,2 et 0,8 mm,
- une couche interne (3) agencée entre les deux couches externes (4, 5), ladite couche interne (3) ayant un facteur de perte $\tan \delta$ supérieur ou égal à 1,6, à 20°C
- 10 - une première et une deuxième couches barrières (6, 7) agencées respectivement entre lesdites couches externes (4, 5) et la couche interne (3), et composées d'un matériau plastique viscoélastique, préférentiellement du polyester, en particulier du téréphtalate de polyéthylène (PET).
- 15
2. Intercalaire plastique viscoélastique selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit facteur de perte $\tan \delta$ de la couche interne (3) est supérieur ou égal à 2, préférentiellement 2,5, préférentiellement 3, préférentiellement 3,5, préférentiellement 4, préférentiellement 4,5.
- 20
3. Intercalaire selon l'une des revendications 1 et 2, dans lequel la couche interne (3) présente un paramètre de cisaillement $g=G'/e$ compris entre $4,3 \cdot 10^9$ et $4,5 \cdot 10^{10}$ Pa/m, à 20°C et pour une gamme de fréquences comprise entre 2 kHz et 8 kHz, G' étant le module de cisaillement de la couche interne et e l'épaisseur de la couche interne.
- 25
4. Intercalaire selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé, en ce qu'il présente un paramètre de cisaillement $g=G'/e$ compris entre $4,8 \cdot 10^9$ et $5,1 \cdot 10^{10}$ Pa/m, à 20°C et pour une gamme de fréquences comprise entre 2 kHz et 8 kHz, G' étant le module de cisaillement de l'intercalaire et e l'épaisseur de l'intercalaire.
- 30

5. Intercalaire selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la couche interne (3) est un colloïde, préférentiellement une émulsion, préférentiellement une émulsion aqueuse d'au moins un polymère.
- 5 6. Intercalaire selon la revendication 5, dans lequel la couche interne (3) est une émulsion aqueuse d'au moins deux polymères structurés en réseaux interpénétrant, les dits deux polymères étant préférentiellement l'acrylate et l'acrylique.
7. Intercalaire selon l'une des revendications précédentes, dans lequel ladite couche
10 interne (3) a une épaisseur comprise entre 0.5 et 50 micromètres, préférentiellement entre 10 et 40 micromètres, préférentiellement entre 20 et 30 micromètres.
8. Intercalaire selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la fraction volumique de la couche interne (3) sur l'intercalaire est comprise entre 0,2 % et 8%,
15 préférentiellement entre 0,5 % et 6%, préférentiellement entre 2,5 et 4%.
9. Intercalaire selon l'une des revendications précédentes, dans lequel lesdites première et deuxième couches barrières (6, 7) ont chacune une épaisseur comprise entre 1 et 50 micromètres, préférentiellement entre 1 et 30 micromètres, préférentiellement
20 entre 5 et 15 micromètres.
10. Intercalaire selon l'une des revendications 1 à 9, l'intercalaire étant teinté dans la masse sur une partie de sa surface et/ou ayant une section transversale diminuant en forme en coin du haut vers le bas d'un vitrage feuilleté dans lequel il est destiné à être
25 agencé et/ou comprenant des particules avec une fonction de filtre au rayonnement infrarouge.
11. Vitrage feuilleté comprenant :
- 30 - une première feuille de verre (1),
- une deuxième feuille de verre (2),
- un intercalaire selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, l'intercalaire étant agencé entre les première et deuxième feuilles de verre (1, 2).

12. Vitrage feuilleté selon la revendication 11, dans lequel :
- ladite première feuille de verre (1) a une épaisseur comprise entre 0,5 et 2,1 mm, préférentiellement entre 1,4 et 2,1 mm et
- 5 - ladite deuxième feuille de verre (2) a une épaisseur comprise entre 0,5 et 2,1 mm, préférentiellement entre 1,1 et 1,6 mm.
13. Utilisation d'un vitrage selon l'une des revendications 11 et 12 comme pare-brise de véhicule.
- 10
14. Utilisation d'un vitrage selon l'une des revendications 11 et 12 comme vitrage de bâtiment, soit en vitrage simple, soit intégré dans un vitrage multiple.
15. Procédé de fabrication d'un intercalaire selon l'une des revendications 1 à 10
- 15 comprenant au moins une étape de dépôt (S2) sur la première ou la deuxième couche imperméable (6, 7), via un procédé de dépôt par voie liquide, d'une couche interne (3) constituée d'une solution obtenue par dilution d'une émulsion aqueuse d'au moins un polymère, dans un volume d'eau supérieur ou égal à 1,5 fois le volume de ladite émulsion.

1/3

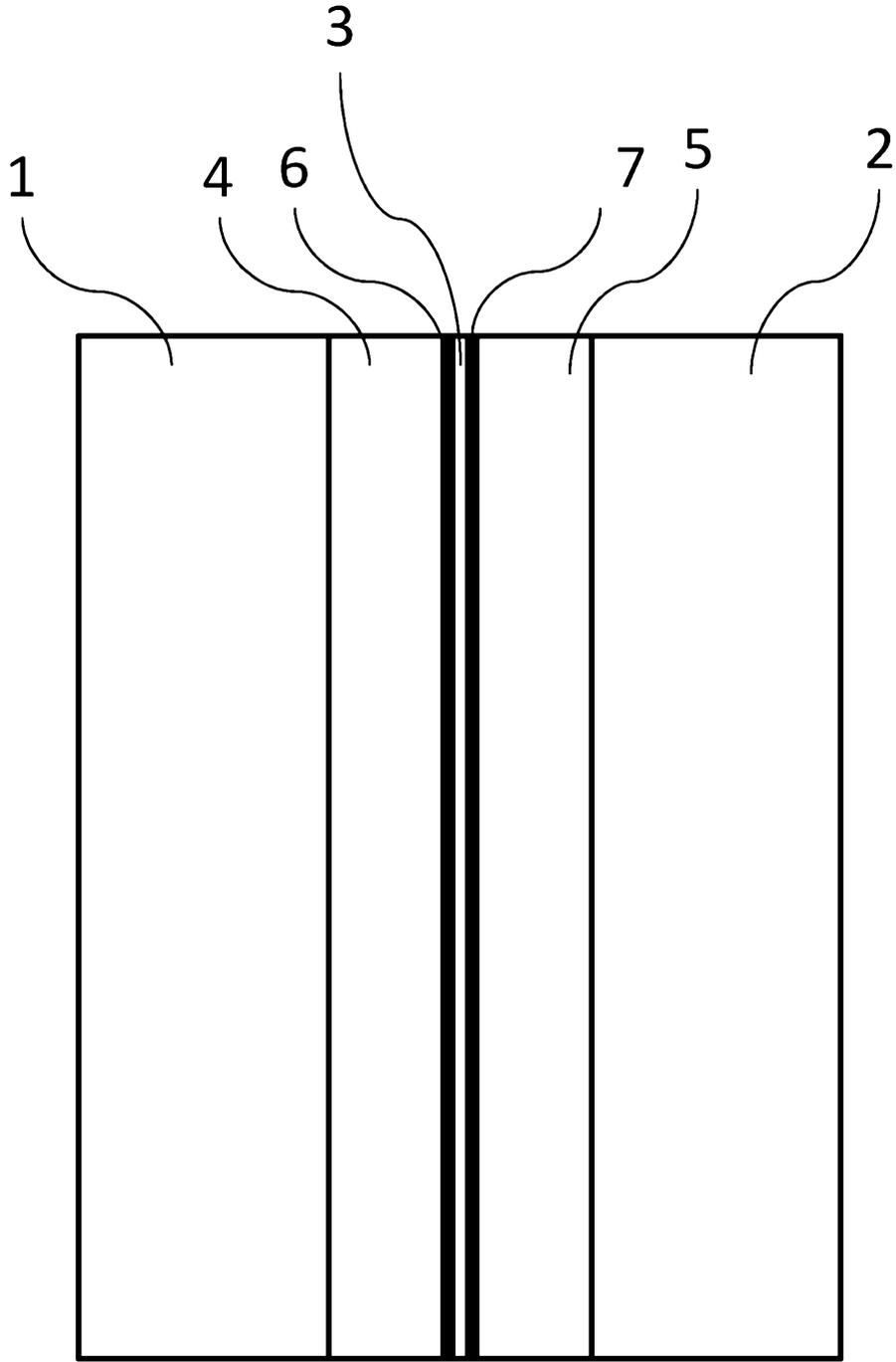


Fig.1

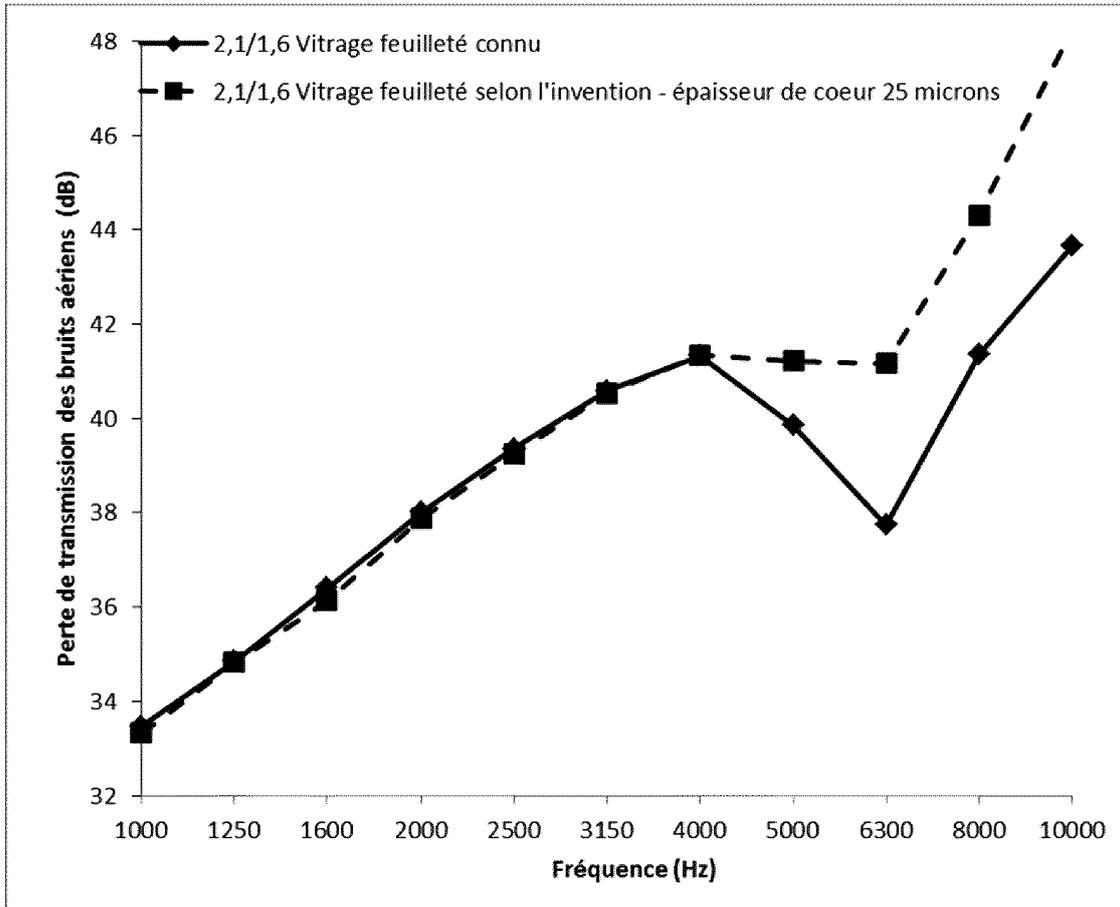


Fig.2

3/3

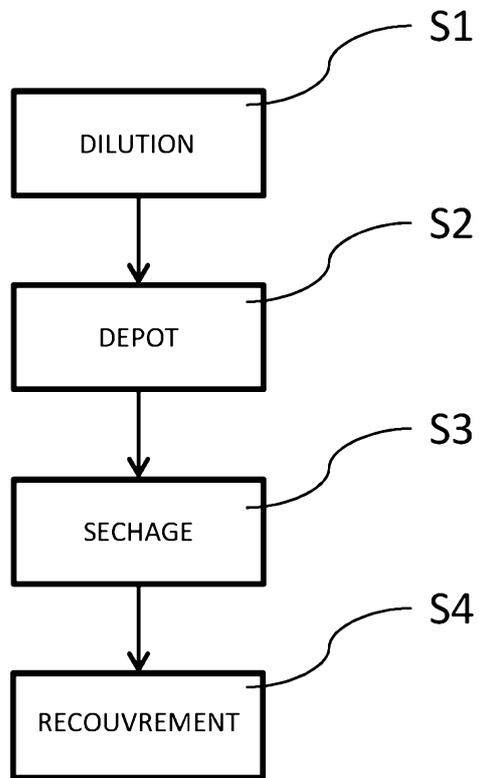


Fig.3

RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

Le demandeur a maintenu les revendications.

Le demandeur a modifié les revendications.

Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION

NEANT

2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE GENERAL

US 2016/159039 A1 (LU JUN [US] ET AL) 9 juin 2016 (2016-06-09)

WO 98/26927 A1 (MINNESOTA MINING & MFG [US]) 25 juin 1998 (1998-06-25)

US 6 074 732 A (GARNIER GILLES [FR] ET AL) 13 juin 2000 (2000-06-13)

US 2009/011230 A1 (RYMER DONALD L [US] ET AL) 8 janvier 2009 (2009-01-08)

EP 2 759 527 A1 (SEKISUI CHEMICAL CO LTD [JP]) 30 juillet 2014 (2014-07-30)

3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND DE LA VALIDITE DES PRIORITES

NEANT