

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 379 624**

51 Int. Cl.:  
**B29B 17/02** (2006.01)  
**C03C 27/12** (2006.01)  
**C09K 13/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06810229 .2**  
96 Fecha de presentación: **11.09.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1950019**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **30.07.2008**

54 Título: **Procedimiento de separación de una película de intercalación**

30 Prioridad:  
**12.09.2005 JP 2005264368**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**30.04.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**30.04.2012**

73 Titular/es:  
**NIPPON SHEET GLASS COMPANY LIMITED**  
**5-27, MITA 3-CHOME, MINATO-KU**  
**TOKYO 108-6321, JP y**  
**GLASS TECHNO SYNERGY CO., LTD.**

72 Inventor/es:  
**HORI, Masahiro;**  
**MITANI, Kazuishi;**  
**SAITO, Yasuhiro;**  
**TAKATSUKI, Nobuyuki;**  
**SHUKURI, Kyouichi y**  
**KURAMOTO, Shunji**

74 Agente/Representante:  
**Isern Jara, Nuria**

ES 2 379 624 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Procedimiento de separación de una película de intercalación.

**Campo técnico**

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento de separación de película de intercalación, para separar una película de intercalación y placas de vidrio que intercalan la película de intercalación entre las mismas. La presente invención se refiere en particular a un procedimiento de separación de película de intercalación útil para el reciclado de películas de intercalación.

**Técnica anterior**

- 10 Como procedimiento convencional para el reciclaje de vidrio laminado, existe un método en el que se trocea una placa de vidrio laminado y esta placa de vidrio troceada se sumerge en agua, o en agua que contiene un surfactante, durante un período de varias horas a varios días, y con ello se hincha la película de intercalación para reducir la resistencia del adhesivo situado entre la película de intercalación y la placa de vidrio, separándose de ese modo la película de intercalación y la placa de vidrio (véase por ejemplo la Solicitud de patente japonesa puesta a disposición del público núm. 6-247752).

- 15 Sin embargo, de acuerdo con el procedimiento de separación mencionado anteriormente, una película de intercalación se hincha y avanza el deterioro debido a hidrólisis y similar, y por lo tanto, la película de intercalación no puede ser recogida en condiciones reciclables.

- 20 Además, el tiempo de tratamiento hasta que la película de intercalación y la placa de vidrio troceada pueden ser separadas fácilmente es un período de tiempo largo de varias horas a varios días en el procedimiento de separación antes mencionado, y por lo tanto existe el problema de que el método no es el preferible desde el punto de vista económico.

- 25 El documento EP 0 567 876 A1 divulga un procedimiento y un aparato para el tratamiento y reciclaje de vidrio laminado consistente en un vidrio externo, un vidrio interno y una hoja de plástico (hoja de PVB) entre ambos. El vidrio y la hoja de plástico se separan mediante una etapa de un proceso de troceado para trocear el vidrio laminado, y una etapa de formación de remolinos para remolinear el líquido de procesamiento en un baño. El líquido de procesamiento es por ejemplo ácido acético o ácido carboxílico, teniendo ambos ácidos capacidad de ataque químico respecto a la hoja de plástico.

- 30 Un objeto de la presente invención consiste en proporcionar un procedimiento de separación de película de intercalación que sea capaz de separar una película de intercalación de las placas de vidrio en un período de tiempo corto, y de recuperar la película de intercalación separada en condiciones reciclables.

**Descripción de la invención**

De acuerdo con el primer aspecto, la solución acídica acuosa comprende con preferencia un componente de formación de complejo.

- 35 De acuerdo con el primer aspecto, el componente de formación de complejo comprende con preferencia uno o más compuestos seleccionados en el grupo consistente en ácidos carboxílicos tales como ácido oxálico, ácido tartárico, ácido málico, ácido malónico, ácido cítrico, ácido succínico y ácido glucónico, y sales de los mismos, y ácidos fosfónicos tales como el ácido fosfórico, ácido hidroxietano difosfónico (HEDP) y ácido tripolifosfórico (STPP), y sales de los mismos.

- 40 De acuerdo con el primer aspecto, la solución de separación de película de intercalación es con preferencia una solución acuosa alcalina.

De acuerdo con el primer aspecto, la solución acuosa alcalina comprende con preferencia un componente de formación de complejo.

- 45 De acuerdo con el primer aspecto, el componente de formación de complejo incluye con preferencia uno o dos o más compuestos elegidos en el grupo consistente en ácidos aminocarboxílicos tales como el ácido etilendiamino-tetraacético (EDTA), el ácido dietilnotriamino-pentaacético (DTPA), y sales de los mismos, y ácidos fosfónicos tales como el ácido fosfórico, el ácido hidroxietano difosfónico (HEDP) y el ácido tripolifosfórico (STPP), y sales de los mismos.

De acuerdo con el primer aspecto, la solución de separación de película de intercalación tiene con preferencia una tensión superficial de 45 N/m o menos.

- 50 De acuerdo con el primer aspecto, la solución de separación de película de intercalación comprende con preferencia un surfactante.

5 Con el fin de conseguir el objeto mencionado anteriormente, de acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento de separación de película de intercalación para separar una película de intercalación y placas de vidrio que intercalan la película de intercalación entre sí en un vidrio laminado, comprendiendo el procedimiento de separación de película de intercalación: una etapa de proceso de troceado, para el troceado de las placas de vidrio en el vidrio laminado; y una etapa de inmersión para la inmersión del vidrio laminado con las placas de vidrio troceadas en la solución de separación de película de intercalación de acuerdo con la reivindicación 1.

En la presente invención, la solución de película de intercalación se dispone a una temperatura de 30 a 60 °C.

En la presente invención, la película laminada con placas de vidrio troceadas se introduce con preferencia de un tambor giratorio.

10 En la presente invención, se introduce en el tambor un miembro acelerante de la separación.

En la presente invención, el tambor tiene con preferencia una abertura.

### Breve Descripción de los dibujos

15 La Figura 1 es una vista en sección transversal que muestra esquemáticamente una estructura de vidrio laminado en la que se lleva a cabo un procedimiento de separación de película de intercalación de acuerdo con la presente realización;

La Figura 2 es una vista en sección transversal que muestra esquemáticamente una estructura de un baño de líquido utilizado para sumergir el vidrio laminado de la Figura 1 en una solución de separación de película de intercalación;

20 La Figura 3 es un gráfico que muestra la relación entre una concentración de  $\text{HF}_2^-$  y el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio alcanza el 0% en una solución de separación de película de intercalación de acuerdo con la presente realización, y

La Figura 4 es un gráfico que muestra la relación entre la concentración de ion hidrógeno (pH) y el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio alcanza el 0% en una solución de separación de película de intercalación de acuerdo con la presente realización.

### 25 Mejor modo de llevar a cabo la invención

Los presentes inventores han llevado a cabo estudios intensos con el fin de conseguir el objeto mencionado en lo que antecede, y como resultado han encontrado que cuando una solución de separación de película de intercalación tiene capacidad de ataque químico respecto a las placas de vidrio, la solución de separación de película de intercalación puede penetrar fácilmente en la interfaz entre el vidrio y una película de intercalación por acción de ataque químico (disolución) sobre una superficie de vidrio, y por lo tanto la película de intercalación y la placa de vidrio pueden ser separadas en un período de tiempo corto, y la película de intercalación separada puede ser recogida en condiciones reciclables.

La presente invención ha sido realizada en base a los estudios mencionados anteriormente.

35 Además, como técnica para incrementar la capacidad de penetración de un líquido, se conoce en general un procedimiento en el que la tensión superficial se reduce mediante la adición de un surfactante o similar a un líquido (Wettability Technology Hand Book, p. 221, publicado por Techno System Inc.), pero una solución de separación de película de intercalación no puede penetrar fácilmente en una interfaz entre un vidrio y una película de intercalación reduciendo la tensión superficial.

40 Ahora se va a describir un procedimiento de separación de película de intercalación de acuerdo con la presente realización.

Se utiliza una solución acuosa que contiene un ion flúor o una solución acuosa alcalina como solución de separación de película de intercalación.

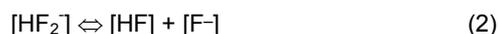
45 Cuando la solución de separación de película de intercalación es una solución acuosa ácida que contiene un ion flúor, se ataca químicamente (se disuelve) una superficie de vidrio mediante la solución acuosa ácida, y con ello la solución acuosa ácida puede penetrar fácilmente entre una película de intercalación y un vidrio para separar el vidrio de la película de intercalación.

50 Cuando la concentración de una especie iónica que penetra un enlace siloxano, es decir, una concentración de  $\text{HF}_2^-$  se hace menor de 0,0005 mol/l en una solución acuosa ácida que contiene un ion flúor, la concentración de  $\text{HF}_2^-$  disminuye durante un proceso de separación para separar una película de intercalación y un vidrio, y de ese modo se reduce la relación de ataque químico respecto al vidrio. En consecuencia, se prefiere una separación durante un período de tiempo corto en el que la concentración de  $\text{HF}_2^-$  sea de 0,0005 ml/l o mayor. Por otra parte, cuando la

concentración de  $\text{HF}_2^-$  es excesivamente alta, se genera una cantidad de precipitado de fluoruro como residuo del ataque químico, y por lo tanto no se prefiere debido a que se genera un problema operativo.

Cuando se utiliza ácido fluorhídrico diluido como solución acuosa ácida que contiene un ion flúor, las especies químicas principales presentes en este ácido fluorhídrico diluido son  $\text{HF}$ ,  $\text{H}^+$ ,  $\text{F}^-$  y  $\text{HF}_2^-$  y se expresan mediante las fórmulas de equilibrio (1) y (2) siguientes:

5

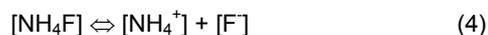


10

Las constantes de equilibrio en las fórmulas de equilibrio (1) y (2) se expresan respectivamente como  $K_1$  y  $K_2$ . Estas constantes  $K_1$  y  $K_2$  se estiman mediante diversas técnicas, típicamente mediante una técnica electroquímica. Se puede calcular una concentración  $[\text{HF}_2^-]$  a partir de  $K_1$  y  $K_2$ , una concentración de ion de hidrógeno  $[\text{H}^+]$  y una concentración de ácido fluorhídrico  $[\text{HF}]$  en ácido fluorhídrico.

Además, cuando se utiliza una solución acuosa de fluoruro de amonio como solución acuosa ácida que contiene un ion flúor, las especies químicas principalmente presentes en esta solución acuosa de fluoruro de amonio son  $\text{NH}_4\text{F}$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{H}^+$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{HF}_2^-$  y  $\text{NH}_4^+$ , y están expresadas por las siguientes fórmulas de equilibrio (3) a (5).

15



20

Las constantes de equilibrio en las fórmulas de equilibrio (3) a (5) se expresan respectivamente como  $K_3$ ,  $K_4$  y  $K_5$ . Estas constantes  $K_3$ ,  $K_4$  y  $K_5$  son estimadas mediante diversas técnicas, típicamente mediante una técnica electroquímica. Se puede calcular una concentración  $[\text{HF}_2^-]$  a partir de valores de  $K_3$ ,  $K_4$  y  $K_5$ , y una concentración de ion hidrógeno  $[\text{H}^+]$  y una concentración de fluoruro de amonio  $[\text{NH}_4\text{F}]$ .

25

En la presente memoria, puesto que se ha ejemplificado la solución acuosa ácida que contiene un ion flúor, ácido fluorhídrico y una solución acuosa de fluoruro de amonio, pero sin limitación a estos compuestos, y una mezcla de sulfato de amonio y de ácido fluorhídrico, se puede usar una mezcla de ácido fluorhídrico y una solución acuosa ácida, de ácido hidrofúosilícico y similar. Adicionalmente, como ácido para ser mezclado, se puede usar ácido sulfámico, ácido fosfórico, ácido nítrico, ácido sulfúrico, ácido acético, ácido fórmico, ácido clorhídrico, ácido carbónico y similares.

30

Cuando la solución de separación de película de intercalación es una solución acuosa alcalina, la solución de separación de película de separación parte un enlace (interacción) en la interfaz entre una película de intercalación y un vidrio, y ataca químicamente (disuelve) la superficie de vidrio ligeramente, y la superficie de la película de intercalación es ligeramente disuelta, y con ello la solución de separación de película de intercalación puede penetrar fácilmente en la interfaz entre la película de intercalación y el vidrio, de modo que la película de intercalación y el vidrio pueden ser separados en un corto período de tiempo.

35

El componente a incluir en una solución acuosa alcalina no está limitado y puede ser, por ejemplo, hidróxido de potasio, hidróxido de sodio, carbonato de potasio, fosfato de potasio, silicato de potasio, carbonato de sodio, fosfato de sodio, o silicato de sodio.

40

Se añade un componente de formación de complejo a una solución de separación de película de intercalación, y con ello, el componente de vidrio puede ser atrapado en forma ion durante el ataque químico del vidrio para incrementar la capacidad de ataque químico respecto al vidrio.

45

Cuando una solución de separación de película de intercalación es una solución acuosa ácida, como componente de formación de complejo, se pueden utilizar adecuadamente los siguientes para su uso: ácidos carboxílicos tales como ácido oxálico, ácido tartárico, ácido málico, ácido malónico, ácido cítrico, ácido succínico y ácido glucónico, y sales de los mismos, y ácidos fosfónicos tales como ácido fosfórico, ácido hidroxietano difosfónico (HEDP) y ácido tripolifosfórico (TPP), y sales de los mismos. Por otra parte, cuando la solución de separación de película de intercalación es una solución acuosa alcalina, como componente de formación de complejo, se pueden combinar adecuadamente los siguientes para su uso: ácidos aminocarboxílicos tales como ácido etilendiaminotetraacético (EDTA), ácido nitrilotriacético (NTA), y ácido dietilnotriaminopentaacético (DTPA), y sales de los mismos, y ácidos fosfónicos tales como ácido fosfórico, ácido hidroxietano difosfónico (HEDP) y ácido tripolifosfórico (STPP), y sales de los mismos.

50

Además, cuando se añade un surfactante, un alcohol como etanol o isopropanol, un solvente orgánico a base de hidrocarburo o similar, a una solución de separación de película de intercalación, se puede reducir la tensión superficial de la solución de separación de película de intercalación, y con ello la solución de separación de película de intercalación puede ser penetrada fácilmente en la interfaz entre un vidrio y una película de intercalación.

- En la presente memoria, cuando se añade un alcohol, un solvente orgánico o similar a una solución de separación de película de intercalación para reducir la tensión superficial, la solución de separación de película de intercalación puede ser penetrada fácilmente en la interfaz entre un vidrio y una película de intercalación, pero el alcohol o el solvente orgánico penetra la película de intercalación, causando con ello el hinchado o deterioro de la película de intercalación. Por otra parte, cuando se utiliza un surfactante, el surfactante en sí mismo no penetra la película de intercalación, y con ello se puede evitar el hinchado o el deterioro de la película de intercalación. Por lo tanto, es preferible para evitar que la película de intercalación se hinche o se deteriore, utilizar un surfactante para reducir la tensión superficial de la solución de separación de película de intercalación. Además, los ejemplos de surfactante incluyen los surfactantes no iónicos, surfactantes aniónicos y surfactantes anfotéricos.
- La Figura 1 es una vista en sección transversal que muestra esquemáticamente una estructura de un vidrio laminado en la que se lleva a cabo un procedimiento de separación de película de intercalación de acuerdo con la presente realización.
- En la Figura 1, un vidrio laminado 10 incluye una película de intercalación 13 y placas de vidrio 11, 12 que intercalan la película de intercalación 13 entre ambas, y se utiliza PVB (polivinil butiral), EVA (copolímero de etileno-acetato de vinilo) o similar como material de la película de intercalación 13.
- En primer lugar, cuando las placas de vidrio 11, 12 del vidrio laminado 10 que va a ser tratado se rompen, las lascas de vidrio de las placas de vidrio 11, 12 partidas llegan a un estado en el que las mismas están todavía fuertemente adheridas a la película de intercalación 13. Cuando estas lascas de vidrio son grandes, se requiere un período de tiempo largo para que penetre una solución de separación de película de intercalación hasta la interfaz 14 ó 15 entre la película de intercalación 13 y la placa de vidrio 11 ó 12, respectivamente, y de ese modo el tamaño de cada una de las lascas de vidrio se establece en 25 mm<sup>2</sup> o menos. Además, las rajaduras de las placas de vidrio 11, 12 alcanzan las interfaces 14, 15, respectivamente, de modo que la solución de separación de película de intercalación penetra hasta las interfaces 14, 15.
- La Figura 2 es una vista en sección transversal que muestra esquemáticamente una estructura de un baño líquido utilizado para sumergir el vidrio laminado 10 de la Figura 1 en una solución de separación de película de intercalación.
- En la Figura 2, un baño de líquido 20 incluye un contenedor 22 para almacenar una solución 21 de separación de película de intercalación, un tambor 23 dispuesto giratoriamente en el interior del contenedor 22, y que tiene una porción de lecho 23a y una abertura que se extiende a su superficie completa, y un termo-regulador 24 para controlar una temperatura de la solución 21 de separación de película de intercalación.
- En primer lugar, una solución 21 de separación de película de intercalación que tiene capacidad de ataque químico para el vidrio, se introduce en el contenedor 22, y la solución 21 de separación de película de intercalación introducida se controla a una temperatura de 30 a 60 °C, y el vidrio laminado 10 con las placas de vidrio 11, 12 troceadas se introduce en el tambor 23 desde la porción de lecho 23a, y simultáneamente, se introducen entre 50 y 60 piezas metálicas 25 (miembro de aceleración de la separación) de 3 cm x 3 cm, tales como piezas de hierro y piezas de acero inoxidable, en el tambor 23 desde la porción de lecho 23a con el fin de separar fácilmente el vidrio laminado 10 en las placas de vidrio 11, 12 y la película de intercalación 13 que son materiales constituyentes del vidrio laminado 10. El tambor 23 que contiene el vidrio laminado 10 y las piezas metálicas 25 introducidas en el mismo, se hace girar a una velocidad de rotación predeterminada. Como resultado, cuando el vidrio laminado 10 se sumerge en la solución 21 de separación de película de intercalación, se aplica el impacto generado por las piezas metálicas 25 al vidrio laminado 10 como fuerza externa, y con ello la película de intercalación 13 se separa fácilmente de las placas de vidrio 11, 12.
- De acuerdo con la presente realización, puesto que la solución 21 de separación de película de intercalación tiene capacidad de ataque químico para el vidrio, la película de intercalación 13 puede ser separada de las placas de vidrio 11, 12 en un corto período de tiempo y la película de intercalación 13 separada puede ser reciclada.
- De acuerdo con la presente realización, el impacto generado por las piezas metálicas 25 se utiliza como fuerza externa aplicada al vidrio laminado 10, pero la fuerza externa no se limita a este impacto y puede ser cualquier otro impacto. Además, la fuerza externa no es un impacto, sino que puede ser, por ejemplo, un flujo de agua, deformación debida al propio peso, vibración, oscilación o corte en tiras.
- La temperatura de la solución 21 de separación de película de intercalación se establece en 30 a 60 °C, de modo que no sea menor que el punto de reblandecimiento de la película de intercalación 13, y en una gama de temperatura tal que la película de intercalación 13 no se deteriore térmicamente, y con ello las placas de vidrio 11, 12 puedan ser separadas de la película de intercalación 13 en un corto período de tiempo. La película de intercalación 13 se deforma mediante establecimiento de una temperatura de la solución que no sea menor que el punto de reblandecimiento al que la película de intercalación 13 pueda ser fácilmente deformada, y con ello la solución 21 de separación de película de intercalación puede penetrar fácilmente en las interfaces 14, 15 de modo que la película de intercalación 13 puede ser separada de las placas de vidrio 11, 12 en un corto período de tiempo. Se prefiere que la temperatura de la solución sea tan alta dentro de la gama de temperatura mencionada en lo que

antecede (30 a 60 °C) como sea posible a efectos de que la película de intercalación pueda ser fácilmente deformada.

**Ejemplo 1**

5 En el ejemplo 1, la solución 21 de separación de película de intercalación fue introducida en el contenedor 22, y la solución 21 de separación de película de intercalación introducida fue controlada a una temperatura de 40 °C, y el vidrio laminado 10 con las rajaduras que alcanzan las interfaces 14, 15 en las placas de vidrio 11, 12 respectivamente, fue introducido en el tambor 23 con las piezas metálicas 25, y sumergido en la solución 21 de separación de película de intercalación. En este caso, se prepararon seis tipos de líquidos de tratamiento (muestras 1 a 6) de modo que las concentraciones de  $\text{HF}_2^-$  fueron de 0 a 0,08 mol/l en la solución 21 de separación de película de intercalación. Cada uno de estos líquidos de tratamiento fue obtenido por dilución de una solución acuosa de alrededor de 23 mol/l (46% en peso) de ácido fluorhídrico con agua.

15 Las concentraciones de soluciones acuosas de ácido fluorhídrico, las concentraciones de  $\text{HF}_2^-$ , las tasas de ataque químico, y el tiempo (tiempo de separación) hasta que el vidrio se separó por completo del vidrio laminado 10 (una relación de peso de un peso total de las placas de vidrio 11, 12 respecto a un peso total de vidrio restante en la película de intercalación 13 (tasa residual de vidrio) que llega al 0%) para estos líquidos de tratamiento se muestran en la Tabla 1.

[Tabla 1]

Agua tratada	Comp. Ej. 1	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6
Solución acuosa de ácido fluorhídrico (mol/l (% en peso))	0 (0)	0.002 (0,0001)	0,005 (0,01)	0,005 (0,1)	0,25 (0,5)	0,50 (1,0)	0,75 (1,5)
$\text{HF}_2^-$ (mol/l)	0,0000	0,0001	0,0005	0,0052	0,0258	0,0516	0,0774
Tasa de ataque químico (nm/min)	0	0,3	3,0	30	150	300	450
Tiempo de separación (min)	60	30	15	10	5	3	2

20 En la presente memoria, se obtuvo una tasa de ataque químico mediante el procedimiento siguiente. Es decir, el vidrio se somete a limpieza alcalina, se enjuaga suficientemente con agua pura y se seca, y una porción del vidrio se cubre con una cinta resistente al ácido y se sumerge en una concentración predeterminada de solución acuosa de ácido fluorhídrico durante 30 minutos, y a continuación se quita la cinta resistente al ácido y se mide la altura de un escalón existente sobre la superficie de vidrio formado por ataque químico mediante un medidor de rugosidad superficial.

25 La Figura 3 es un gráfico que muestra la relación entre una concentración de  $\text{HF}_2^-$  y el tiempo que se alcanza una tasa residual de vidrio del 0% en la solución de separación de película de intercalación (40 °C) de acuerdo con la presente realización.

30 Se ha encontrado, a partir de la Figura 3, que la tasa de ataque químico se reduce significativamente cuando la concentración de  $\text{HF}_2^-$  no es 0,0005 mol/l o más. Por otra parte, se ha encontrado también que no existe una gran diferencia en el tiempo de separación incluso cuando la concentración de  $\text{HF}_2^-$  es de 0,05 mol/l o mayor.

**Ejemplo 2**

35 En el ejemplo 2, se introdujo una solución 21 de separación de película de intercalación en un contenedor 22, y la solución 21 de separación de película de intercalación introducida fue controlada a una temperatura de 40 °C, y el vidrio laminado 10 con rajaduras que alcanzan las interfaces 14, 15 de las placas de vidrio 11, 12, respectivamente, fue introducido en un tambor 23 con piezas metálicas 25 y sumergido en la solución 21 de separación de película de intercalación. En este caso, se prepararon 7 tipos de soluciones acuosas de hidróxido de potasio como solución 21 de separación de película de intercalación de modo que la concentración de ion hidrógeno (pH) fuera de 7 a 12. Cada una de estas soluciones acuosas de hidróxido de potasio fue obtenida al disolver hidróxido de potasio en agua y ajustar la solución resultante para que tuviera una concentración de 0 a 0,1% en peso. La Figura 4 es un gráfico que muestra la relación entre la concentración de ion hidrógeno (pH) y el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llega al 0% en la solución de separación de película de intercalación (40 °C) de acuerdo con la presente realización.

40 Se ha encontrado, a partir de la Figura 4, que el tiempo de separación se acortó significativamente cuando la concentración de ion hidrógeno (pH) llegó a ser de 9,5 o mayor.

**Ejemplo 3**

En el ejemplo 3, se introdujo una solución 21 de separación de película de intercalación en un contenedor 22, y la solución 21 de separación de película de intercalación introducida fue controlada a una temperatura de 40 °C, y se introdujo vidrio laminado 10 con rajaduras que alcanzan las interfaces 14, 15 de las placas de vidrio 11, 12, respectivamente, en un tambor 23 con piezas metálicas 25 y se sumergió en la solución 21 de separación de película de intercalación. En este caso, una solución acuosa acídica que contenía ácido fluorhídrico (concentración de  $\text{HF}_2^-$ : 0,005 mol/l) y un surfactante (0,5% en peso), y que tenía una concentración de ion hidrógeno (pH) de 1,9 fue utilizada como solución 21 de separación de película de intercalación. La tasa de ataque químico y la tensión superficial de esta solución acuosa acídica fueron de 30 nm/min y 35 N/m, respectivamente. Adicionalmente, el tiempo hasta que se alcanzó una tasa residual de vidrio de 0% fue de 9 minutos. Se encontró a partir de la comparación con el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio fue del 0% (10 minutos) cuando el vidrio laminado 10 fue sumergido en la Muestra 3 de la Tabla 1, que cuando se añadió un surfactante a la solución, se mejoró la capacidad de penetración de la solución 21 de separación de película de intercalación en las interfaces 14, 15, y el tiempo hasta que la tasa residual del vidrio llegó al 0% se acortó en 1 minuto en comparación con un caso en el que no se añadió surfactante a la solución.

Además, cuando la temperatura de la solución de separación de película de intercalación fue de 55 °C, el tiempo hasta que se alcanzó una tasa residual de vidrio del 0% fue de 2 minutos, el cual se acortó a 1/4 o menos del tiempo cuando la temperatura de la solución de separación de película de intercalación era de 40 °C (9 minutos).

**Ejemplo 4**

En el ejemplo 4, una solución 21 de separación de película de intercalación fue introducida en un contenedor 22, y la solución 21 de separación de película de intercalación introducida fue controlada a una temperatura de 40 °C, y un vidrio laminado 10 con rajaduras que alcanzan las interfaces 14, 15 de las placas 11, 12 de vidrio, respectivamente, fue introducido en un tambor 23 con piezas metálicas 25 y sumergido en la solución 21 de separación de película de intercalación. En este caso, una solución acuosa acídica que contenía ácido fluorhídrico (concentración de  $\text{HF}_2^-$ : 0,005 mol/l) y ácido tartárico (0,1% en peso) que sirve como componente de formación de complejo, y que tiene una concentración de ion hidrógeno (pH) de 1,6 fue utilizada como solución 21 de separación de película de intercalación. La tasa de ataque químico de esta solución fue de 60 nm/min, es decir 2 veces la tasa de ataque químico cuando no se añadió ningún componente de formación de complejo a la solución. Adicionalmente, el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llegó a ser del 0% fue de 6 minutos. Cuando se añadió un componente de formación de complejo a la solución, la tasa de ataque químico de la solución se incrementó hasta 2 veces, y el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio se hizo del 0% se acortó a aproximadamente 1/2 del tiempo cuando no se había añadido el componente de formación de complejo a la solución.

Además, cuando la temperatura de la solución de película de intercalación era de 55 °C, el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llegó al 0% fue de 2 minutos, lo que se acortó a 1/3 del tiempo cuando la temperatura de la solución de separación de película de intercalación era de 40 °C (6 minutos).

**Ejemplo 5**

En el ejemplo 5, una solución 21 de separación de película de intercalación fue introducida en un contenedor 22, y la solución 21 de separación de película de intercalación introducida fue controlada a una temperatura de 40 °C, y se introdujo vidrio laminado 10 con rajaduras que alcanzaban las interfaces 14, 15 de las placas de vidrio 11, 12, respectivamente, en un tambor 23 con piezas metálicas 25 y se sumergió en la solución 21 de separación de película de intercalación. En este caso, una solución acuosa acídica que contenía un 0,35% en peso de solución acuosa de fluoruro de amonio (concentración de  $\text{HF}_2^-$ : 0,01 mol/l) y ácido fosfórico (2% en peso) que sirve como componente ácido que proporciona un protón, y que tiene una concentración de ion hidrógeno (pH) de 1,8, fue utilizada como solución 21 de separación de película de intercalación. La tasa de ataque químico de esta solución acuosa acídica fue de 60 nm/min. Adicionalmente, el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llegó a ser del 0% fue de 6 minutos.

Según se ha descrito en lo que antecede, incluso cuando se utilizó ácido fluorhídrico o bien fluoruro de amonio como fuente de iones flúor, si las concentraciones de  $\text{HF}_2^-$  de ambos fueran iguales, las tasas de ataque químico de ambos serían también iguales, y de ese modo los tiempos requeridos para la separación de la película de intercalación y el vidrio serían también iguales.

Además, cuando la temperatura de la solución de separación de película de intercalación era de 55 °C, el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llegó a ser del 0% fue de 2 minutos, el cual se acortó a 1/3 del tiempo cuando la temperatura de la solución de separación de película de intercalación era de 40 °C (6 minutos).

**Ejemplo 6**

En el ejemplo 6 se introdujo una solución 21 de separación de película de intercalación en un contenedor 22, y la solución 21 de separación de película de intercalación fue controlada a una temperatura de 40 °C, y el vidrio

laminado 10 con rajaduras que alcanzan las interfaces 14, 15 de las placas de vidrio 11, 12, respectivamente, fue introducido en un tambor 23 con piezas metálicas 25 y sumergido en la solución 21 de separación de película de intercalación. En este caso, se utilizó una solución acuosa alcalina que contenía hidróxido de potasio (0,05% en peso) y un surfactante (0,5% en peso), y que tenía una concentración de ion hidrógeno (pH) de 11,0, como solución 21 de separación de película de intercalación. La tasa de ataque químico y la tensión superficial de esta solución fueron de 0,05 nm/min y 25 N/m, respectivamente. Adicionalmente, cuando no se añadió surfactante a la solución, la tensión superficial fue de 60 N/m.

Además, el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llegó al 0% fue de 15 minutos. Cuando no se añadió surfactante a la solución acuosa de hidróxido de potasio que tenía un pH de 11,0, el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llegó al 0% fue de 18 minutos. Por el contrario, cuando se añadió un surfactante a la solución, se mejoró la capacidad de penetración de la solución 21 de separación de película de intercalación en las interfaces 14, 15, y el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llegó al 0% se acortó a 15 minutos.

Además, cuando la temperatura de una solución de separación de película de intercalación fue de 55 °C, el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llegó a 0% fue de 4 minutos, lo que se acortó hasta 1/3 o menos del tiempo cuando la temperatura de la solución de separación de película de intercalación era de 40 °C (15 minutos).

#### Ejemplo 7

En el ejemplo 7, la solución 21 de separación de película de intercalación fue introducida en un contenedor 22, y la solución 21 de separación de película de intercalación fue controlada a una temperatura de 40 °C, y el vidrio laminado 10 con rajaduras que alcanzan las interfaces 14, 15 de las placas de vidrio 11, 12, respectivamente, fue introducido en un tambor 23 con piezas metálicas 25 y sumergido en la solución 21 de separación de película de intercalación. En este caso, una solución acuosa alcalina que contiene hidróxido de potasio (0,1% en peso), un surfactante (0,5% en peso) y etilendiaminotetraacetado de sodio (EDTA-2Na) (0,5% en peso) que sirve como una componente de formación de complejo, y que tiene una concentración de ion hidrógeno (pH) de 11,0, fue utilizada como solución 21 de separación de película de intercalación. La tasa de ataque químico de esta solución acuosa alcalina fue de 0,10 nm/min que es 2 veces la tasa de ataque químico cuando no estaba incluido el componente de formación de complejo. Adicionalmente, el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio alcanzó el 0% fue de 10 minutos. La tasa de ataque químico se multiplicó por 2 añadiendo un componente de formación de complejo y un surfactante, y con ello la capacidad de penetración de la solución 21 de separación de película de intercalación en las interfaces 14, 15 se mejoró, de modo que las placas de vidrio pudieron ser separadas de la película de intercalación en un tiempo de separación corto en comparación con el de la solución acuosa de hidróxido de sodio que tenía un pH de 11,0 en la que no se había añadido a la solución ningún componente de formación de complejo ni ningún surfactante.

Además, cuando la temperatura de la solución de separación de película de intercalación era de 55 °C, el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llegó al 0% fue de 4 minutos, lo que se acortó a 1/2 o menos del tiempo cuando la temperatura de la solución de separación de película de intercalación era de 40 °C (10 minutos).

#### Ejemplo comparativo 1

En el ejemplo comparativo 1, una solución 21 de separación de película de intercalación fue introducida en un contenedor 22, y la solución 21 de separación de película de intercalación introducida fue controlada a una temperatura de 40 °C, y se introdujo vidrio laminado 10 con rajaduras que alcanzan las interfaces 14, 15 de las placas de vidrio 11, 12, respectivamente, en un tambor 23 con piezas metálicas 25 y se sumergió en la solución 21 de separación de película de intercalación. En este caso, una solución acuosa neutra que contenía un surfactante (0,5% en peso) y que tenía una concentración de ion hidrógeno (pH) de 7,5 fue utilizada como solución 21 de separación de película de intercalación. La tasa de ataque químico de esta solución fue de 0 nm/min. Adicionalmente, el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llegó al 0% fue de 60 minutos (Ejemplo Comparativo 1 en la Tabla 1).

#### Ejemplo 8

En el ejemplo 8, se prepararon 14 clases de vidrio laminado 10 mostradas en la Tabla 2, y 14 clases de vidrio laminado 10 con rajaduras que alcanzaban las interfaces 14, 15 de las placas de vidrio 11, 12, respectivamente, fueron preparadas como muestras 7 a 20. FL y F3A indican en la Tabla 2 un vidrio flotante y un cristal con figuras ornamentales, respectivamente, fabricados por Nippon Sheet Glass Co., Ltd.

[Tabla 2]

		Muestra																		
		7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20					
Placa de vidrio 11		FL	FL	FL	FL	FL	FL	FL	FL	FL	FL	FL	FL	FL	FL					
Espesor (mm)		3	3	3	3	3	2	2,5	5	8	10	3	3	5	10					
Placa de vidrio 12		FL	FL	FL	FL	FL	F3A	F3A	FL											
Espesor (mm)		3	3	3	3	3	3	3	5	8	10	3	3	5	10					
Película de intercalación 13		PVB	PVB	PVB	PVB	PVB	PVB	PVB	PVB	PVB	PVB	EVA	EVA	EVA	EVA					
Espesor (µm)		380	507	760	1520	2280	760	760	760	760	760	250	400	400	400					
Tiempo de separación (min)	Ej. 8	14	16	15	17	19	16	14	17	16	18	14	14	17	16					
	Ej. 2	60	63	65	68	70	60	58	63	61	63	58	58	61	62					

5 A continuación, se introdujo una solución 21 de separación de película de intercalación en un contenedor 22, y la solución 21 de separación de película de intercalación fue controlada a una temperatura de 40 °C, y a continuación, cada una de las muestras 7 a 20 mencionadas anteriormente fue introducida en un tambor 23 con piezas metálicas 25 y sumergidas en la solución 21 de separación de película de intercalación. En este caso, una solución acuosa alcalina que contenía hidróxido de potasio (0,05% en peso) y un surfactante (0,5% en peso), y que tenía una concentración de ion hidrógeno (pH) de 11,0, fue utilizada como solución 21 de separación de película de intercalación. La tasa de ataque químico y la tensión superficial de esta solución fueron de 0,05 nm/min y 25 N/m, respectivamente.

10 El tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llegó al 0% tras la inmersión de cada una de las muestras en la solución 21 de separación de película de intercalación fue de 14 minutos a 19 minutos según se muestra en la Tabla 2.

### **Ejemplo comparativo 2**

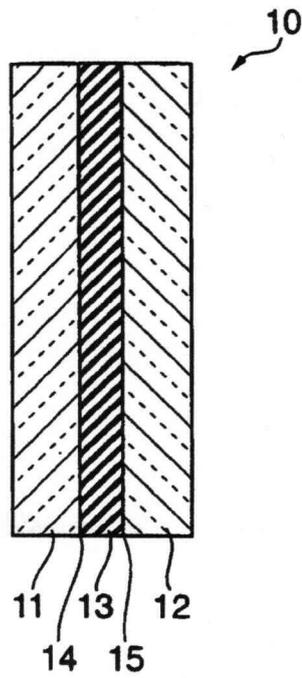
15 Por otra parte, el tiempo hasta que la tasa residual de vidrio se hizo del 0% fue menor también en el caso en que una solución 21' de separación de película de intercalación, que es una solución acuosa neutra que contiene un surfactante (0,5% en peso) y que tiene una concentración de ion hidrógeno (pH) de 7,5, fue utilizada en sustitución de la solución 21 de separación de película de intercalación antes mencionada del Ejemplo 8. La tasa de ataque químico de esta solución fue de 0 nm/min.

20 El tiempo hasta que la tasa residual de vidrio llegó a 0% cuando cada una de las muestras fue sumergida en la solución 21' de separación de película de intercalación fue de 58 minutos a 70 minutos según se muestra en la Tabla 2.

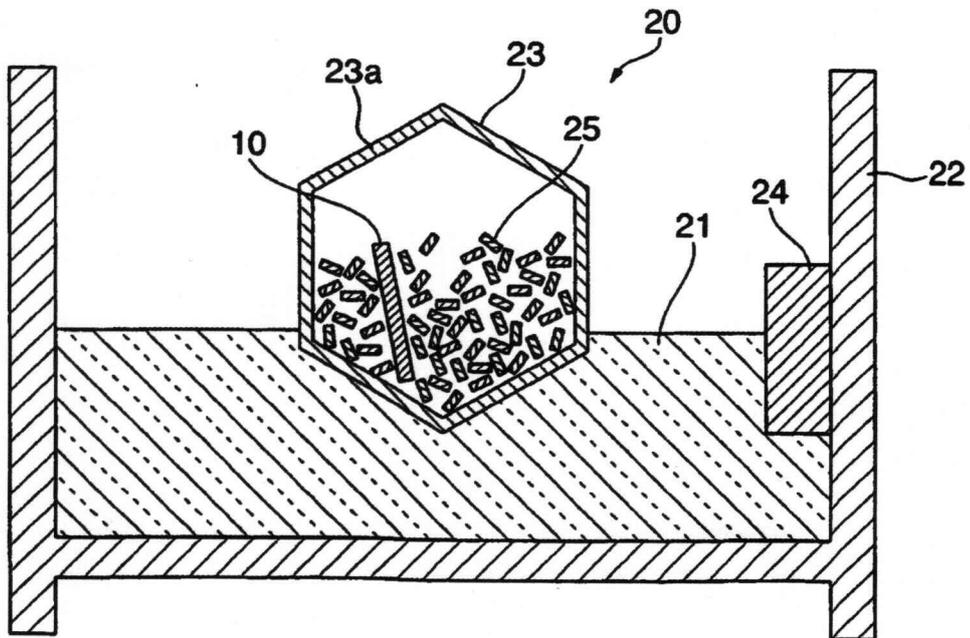
**REIVINDICACIONES**

- 1.- Un procedimiento de separación de película de intercalación para separar una película de intercalación (13) y placas de vidrio (11, 12) que intercalan la película de intercalación (13) entre ambas en un vidrio laminado (10), comprendiendo el procedimiento de separación de película de intercalación: una etapa de proceso de troceado para trocear las placas de vidrio (11, 12) en el vidrio laminado; una etapa de inmersión del vidrio laminado con las placas de vidrio (11, 12) troceadas en una solución (21) de separación de película de intercalación para separar la película de intercalación (13) y las placas de vidrio (11, 12), teniendo la solución (21) de separación de película de intercalación capacidad de ataque químico respecto a las placas de vidrio; y una etapa de provisión de un impacto para impartir un impacto al vidrio laminado como fuerza externa mediante la introducción del vidrio laminado con las placas de vidrio troceadas en un tambor (23) y haciendo girar el tambor.
- 5
- 10
- 2.- El procedimiento de separación de película de intercalación de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la solución de separación de película de intercalación se dispone a una temperatura de 30 a 60 °C.
- 3.- El procedimiento de separación de película de intercalación de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se introduce un miembro de aceleración de separación en el tambor.
- 15
- 4.- El procedimiento de separación de película de intercalación de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tambor tiene una abertura.

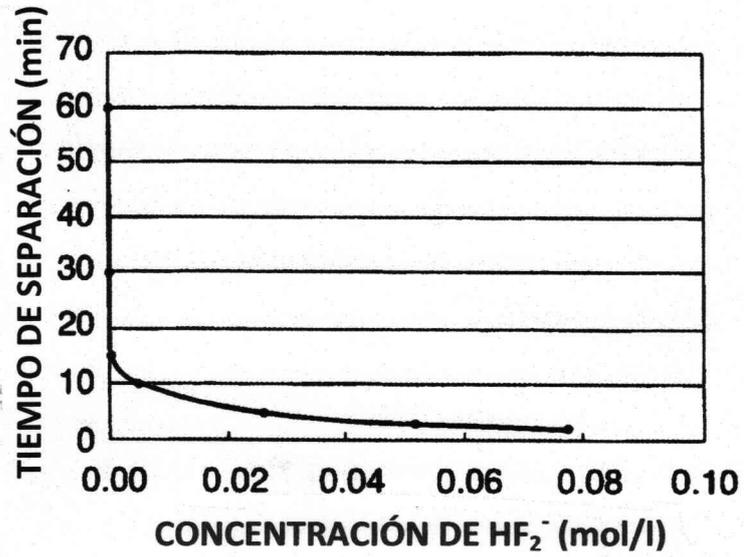
**FIG. 1**



**FIG. 2**



**FIG. 3**



**FIG. 4**

