



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 42 24 053 B4** 2007.03.15

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **P 42 24 053.0**
(22) Anmeldetag: **21.07.1992**
(43) Offenlegungstag: **28.01.1993**
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **15.03.2007**

(51) Int Cl.⁸: **C03C 27/12 (2006.01)**

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 2 Patentkostengesetz).

(30) Unionspriorität:
9116057 24.07.1991 GB

(73) Patentinhaber:
Glaverbel, Brüssel/Bruxelles, BE

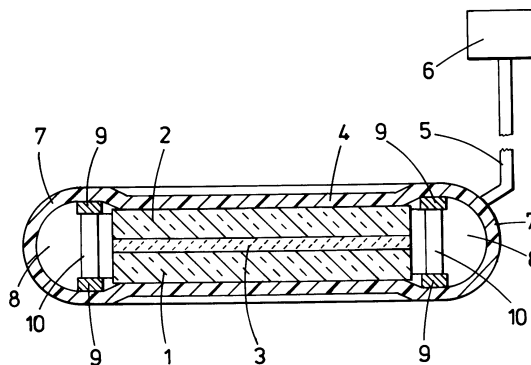
(74) Vertreter:
**Müller-Boré & Partner, Patentanwälte, European
Patent Attorneys, 81671 München**

(72) Erfinder:
**Goelff, Pierre, Nalannes, BE; Ribesse, André,
Thines, BE; Debailleux, Yves, Mons, BE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:
DE 37 29 867 C1
DE 29 23 768 C2
DE 19 00 054 B2
DE 35 09 249 A1

(54) Bezeichnung: **Transparente feuerbeständige Verglasungsplatte und Verfahren zu ihrer Herstellung**

(57) Hauptanspruch: Transparente feuerbeständige Verglasungsplatte aus wenigstens zwei Glasscheiben oder glasartigen Scheiben und wenigstens einer Zwischenschicht aus blähbarem Material, wobei die Zwischenschicht an wenigstens eine der Scheiben gebunden ist, und gebildet ist durch Verdichten von Körnern eines blähbaren hydratisierten Metallsalzes mit einem Gesamtwassergehalt im Bereich von 22 bis weniger als 25 Gew.-%.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine transparente feuerbeständige Verglasungsplatte mit wenigstens einer Schicht von blähbarem Material, die an wenigstens eine Konstruktionslage der Platte gebunden ist. Die Erfindung umfaßt auch ein Verfahren zur Herstellung einer solchen Platte.

[0002] Schichten von blähbarem Material werden oft mit Scheiben von Verglasungsmaterial zur Bildung feuerbeständiger Platten kombiniert. Zum Beispiel kann eine solche Schicht zwischen zwei Glasscheiben sandwichartig eingeschlossen sein. Sehr wichtige Verwendungszwecke solcher Platten sind die als transparente Schutzwand, welche die Belichtung eines abgegrenzten Bereiches gestattet und als Verschuß der Sichtöffnungen von Räumen oder anderen umschlossenen Bereichen, wo eine Feuergefahr bestehen kann.

Stand der Technik

[0003] Im typischen Fall wird die Wirksamkeit solcher Platten geprüft, indem man sie in eine Wand eines Ofens einsetzt, dessen Innentemperatur nach einem vorbestimmten Plan erhöht wird. Die Einzelheiten einer solchen Prüfung sind im Internationalen Standard Nr. ISO 834-1975 aufgeführt. Auf die in diesem Standard angegebene Prüfung auf Feuerbeständigkeit wird auch im Internationalen Standard ISO 9051-1990 Bezug genommen, der speziell von den Feuerbeständigkeitseigenschaften von verglasten Anordnungen spricht. Es ist angebracht, hier einige Passagen aus diesem letzteren Standard zu zitieren:

"Glas ist ein nicht-verbrennbares Material und trägt daher nicht zu Feuer oder dessen Ausbreitung bei".

"Glas kann, wenn es Hitze ausgesetzt ist, durch thermischen Schock brechen oder erweichen und dann nicht mehr vom Rahmen gehalten werden. Nur gewisse Arten von verglasten Anordnungen werden daher als feuerbeständig anerkannt. Die Fähigkeit von verglasten Anordnungen, dem Feuer zu widerstehen; hängt von der Art der verglasten Erzeugnisse, der Verglasungsmethode, dem Rahmentyp, der Plattengröße, der Befestigungsmethode und der Art der Konstruktion, welche den verglasten Bereich umgibt, ab."

"Einige durchsichtige und durchscheinende verglaste Anordnungen können den Anforderungen für Stabilität und Unversehrtheit (RE) und in einigen Fällen Isolation genügen (REI, worin R für "Beständigkeit" (resistance), E für "Unversehrtheit" (étanchéité) und I für "Isolation" (insulation) steht."

"Aus Gründen des Feuerschutzes ist nicht nur die Möglichkeit der direkten Ausbreitung von Feuer durch Öffnungen zu berücksichtigen, die durch Brechen von Glas bewirkt sind. Es kann auch notwendig sein, die Hitze in Betracht zu ziehen, die durch die

noch intakte verglaste Anordnung geleitet wird, da diese Hitze die Entzündung von verbrennbaren Materialien bewirken kann".

"Verglaste Anordnungen der Feuerbeständigkeit gemäß der Klasse RE unter den Brandbedingungen, wie sie in ISO 834 definiert sind, liefern für eine gegebene Zeit Beständigkeit und Unversehrtheit. Die Temperatur der nicht-exponierten Seite wird nicht in Betracht gezogen."

"Verglaste Anordnungen der Feuerbeständigkeit gemäß der Klasse REI unter den Brandbedingungen, wie sie in ISO 834 definiert sind, bieten für eine gewisse Zeit Beständigkeit, Unversehrtheit und Isolation".

[0004] Es gibt verschiedene Klassen von feuerbeständigen Platten und unter denen, die allgemein als solche anerkannt werden, gibt es Klassen, die Platten entsprechen, die wirksame Sperren gegen Flammen und Dämpfe (d.h. Klasse RE) für Zeitspannen von 15, 30, 45, 60, 90 und 120 Minuten sind. Andere Klassen entsprechen Platten, die wirksame Sperren gegen den Durchtritt von Flammen und Dämpfen sind und auch gewisse Isoliereigenschaften haben (d.h. Klasse REI), und zwar wiederum für Zeitspannen von, z.B. 15, 30, 45, 60, 90 und 120 Minuten.

[0005] Die Isolationseigenschaften, die eine Platte haben muß, um dem Standard der REI-Klasse zu entsprechen, sind kurz gesagt, daß kein Punkt der Oberfläche, die dem Äußeren des Ofens ausgesetzt ist, eine Temperaturzunahme von mehr als 180°C über ihre anfängliche (Raum-)Temperatur zeigen darf und daß die Zunahme der mittleren Temperatur dieser Seite 140°C nicht übersteigen darf. Platten, die zur Klasse REI gehören, können auch Sperren gegen die Übertragung von Infrarotstrahlung von der Brandstelle bilden.

[0006] Es ist außerordentlich wichtig, daß die Schicht von blähbarem Material einer solchen Platte gute Feuerbeständigkeitseigenschaften während des Verlaufs eines Brandes haben soll und daß sie auch annehmbare optische Eigenschaften beibehält, bis sie sich während des Verlaufs des Feuers aufbläht.

[0007] Hydratisierte Metallsalze, z.B. Metallsilikate, insbesondere Alkalisilikate, werden schon seit einigen Jahren zur Herstellung solcher Platten verwendet. Im typischen Fall haben die Schichten, die in die fertigen Platten einbezogen sind, einen Wassergehalt von zwischen 29% und 35%. Hier und auch sonst in der Beschreibung sind Bezugnahmen auf den Wassergehalt Gewichtsprozent Wasser, bezogen auf das zur Bildung der Schicht verwendete blähbare Material oder als Gewichtsanteile des als eine Schicht eingebrachten blähbaren Materials in einer fertigen Platte (vor dem Ausbruch eines Feuers und demgemäß der Modifizierung dieser Schicht). Während des Verlaufes eines Feuers wird das Hydratisie-

rungswasser durch die Hitze des Feuers abgetrieben und die Schicht an blähbarem Material wird in einen opaken Schaum überführt, der als Sperre sowohl für durch Strahlung als auch durch Leitung übertragene Hitze dient, und diese Schicht kann auch dazu dienen, Konstruktionsscheiben der Platte zusammenzubinden, wie Glasscheiben, die durch den thermischen Schock aufgrund des Feuers bersten können. Die Wirksamkeit der Platte als Sperre gegen den Durchtritt von Flammen und Dämpfen wird somit ebenfalls verlängert.

[0008] Die Wirksamkeit einer Platte der bisher bekannten Art als Feuerabschirmung hängt von mehreren Faktoren ab: Die Wirksamkeit einer Schichtanordnung, die aus einer einzigen Schicht des gegebenen blähbaren Materials, sandwichartig zwischen zwei Glasscheiben einer gegebenen Dicke eingeschlossen, steigt mit der Dicke der blähbaren Schicht. Für eine bisher bekannte Platte von gegebener Masse pro Flächeneinheit, d.h. für die gleiche Gesamtdicke von Glas und blähbarem Material, kann die Wirksamkeit einer solchen bekannten Platte erhöht werden, indem man sie als fünflagigen Verbund ausbildet, in dem zwei blähbare Schichten zwischen drei Glasscheiben gehalten sind. So hat sich ein Verbund von drei Glasscheiben von jeweils 4 mm Dicke, welche zwei blähbare Schichten von jeweils 1 mm Dicke einschließen, oft als wirksamer erwiesen als ein Verbund von zwei 6 mm Glasscheiben, die eine einzige blähbare Schicht von 2 mm Dicke einschließen. Die gleiche Wirksamkeit kann daher erzielt werden, wenn man eine dünnere Platte verwendet, die mehr Lagen umfaßt. Es ist natürlich wünschenswert, hochwirksame feuerbeständige Platten zu liefern, die geringe Masse pro Flächeneinheit haben, jedoch kann das Bilden von Platten mit vier oder mehr Lagen teuer sein.

[0009] Ein weiteres Problem, das mit der Verwendung von hydratisierten Metallsalzsichten als blähbarem Material verbunden ist, ist das Altern des Materials über den Verlauf der Zeit. Dieses Altern zeigt sich als Verschlechterung der optischen Eigenschaften, z.B. die Verminderung in der Transparenz des hydratisierten blähbaren Materials, was wiederum die Transparenz der Scheibe vermindert. Eine solche Verschlechterung in den Eigenschaften der Scheibe ist deutlich nachteilig bei der Verwendung.

[0010] Das Problem der Verschlechterung der optischen Eigenschaften beim Altern einer feuerbeständigen Scheibe, welche eine blähbare Schicht enthält, ist seit vielen Jahren bekannt, und es wurden verschiedene Versuche unternommen, dieses Problem zu lösen. Ein Hauptgrund der Verschlechterung der optischen Eigenschaften ist das Auftreten von Mikrobäschen in oder an der Oberfläche der Schicht, und es ist bekannt, die Schicht durch in situ Trocknen einer Lösung des hydratisierten Metallsalzes unter Ver-

wendung von entgastem Wasser herzustellen und bei der Herstellung der Lösung dafür zu sorgen, daß die Lösung nicht in solchem Ausmaß gerührt wird, daß wieder Luft und ein anderes Gas gelöst wird und sie wieder erscheinen könnten, wenn die trockne Schicht altert. Obwohl dies eine Verbesserung in den Alterungseigenschaften der Platte ergibt, ist es nicht vollständig zufriedenstellend, wenn eine solche Platte unter Umständen verwendet werden soll, wo sie milder Hitze ausgesetzt ist, z.B. aufgrund der Sonneneinstrahlung. Es ist auch bekannt, zum hydratisierten Metallsalz ein Stabilisierungsmittel zuzusetzen, wie eine teilweise dissoziierte stickstoffhaltige organische Verbindung, z.B. eine quartäre Ammoniumverbindung, wie Tetramethylammoniumhydroxid, und dies gibt tatsächlich bessere Ergebnisse.

[0011] DE 19 00 054 B2 beschreibt ein hitzeisolierendes, lichtdurchlässiges Verbundglas, das aus mindestens zwei übereinander angeordneten Glasplatten besteht, die gegebenenfalls bis auf mindestens eine auch durch transparente Kunststoffplatten ersetzt sein können und die jeweils mit einer anorganischen Zwischenschicht verbunden sind, die aus festem wasserhaltigen Alkalisilikat besteht, wobei die Zwischenschicht aus einer wasserhaltigen Alkalisilikatlösung oder einer Suspension gebildet ist. In diesem Fall erhält man keine glasklaren sondern milchige Verbundgläser.

[0012] DE 37 29 867 C1 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung einer im Brandfall aufschäumenden Brandschutzmasse für feuerabschirmende Verglasungen, wobei ein wasserlösliches Aluminiumsalz, eine anorganische Säure und eine Wassermenge zusammengebracht und zur Brandschutzmasse umgesetzt werden. Als Aluminiumsalz wird insbesondere Monoaluminiumhydrophosphat und als anorganische Säure insbesondere Borsäure verwendet. Das Umsetzungsprodukt wird durch die Wassermenge flüssig bis zähflüssig oder extrudierbar eingestellt.

[0013] DE 29 23 768 C2 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung einer Feuerschutzverglasung mit wenigstens einer Schicht aus aufschäumbarem Material, die sandwichartig zwischen zwei Glasplatten angeordnet ist, wobei zwischen zwei Glasplatten eine Schicht aus aufschäumbarem Material, das zumindestens zum überwiegenden Teil in körniger Form vorliegt, eingebracht, an den Rändern der Anordnung ein Unterdruck angelegt und durch Wärme und/oder Druckbehandlung die Anordnung miteinander verbunden wird.

[0014] DE 35 09 249 A1 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung einer transparenten Feuerschutzplatte, die wenigstens eine Verglasungsscheibe und ein begleitendes blähbares Material enthält, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß die Platte durch ein Verfahren erhältlich ist, wobei man eine Schicht bil-

det, die eine wässrige Lösung eines blähbaren Materials auf einem zylindrischen beweglichen Träger enthält, Wasser aus der Schicht des Materials auf dem Träger durch Anwendung von Wärme entfernt, die blähbare Schicht von dem Träger innerhalb eines Zyklus ihrer Aufbringung darauf derart entfernt, daß die Schicht wiederaufgearbeitet bzw. zerbrochen wird und das entfernte blähbare Material in diese Platte eindringt, bevor oder nachdem eine weitere erforderliche Einstellung im Wassergehalt des blähbaren Materials erfolgt.

Aufgabenstellung

[0015] Es ist ein Ziel der vorliegenden Erfindung eine transparente feuerbeständige Platte mit guten Alterungseigenschaften zu schaffen, die nicht wesentlich von der Verwendung eines Stabilisierungsmittelzusatzes abhängt und die auch gute feuerbeständige Eigenschaften während des Verlaufs eines Feuers bietet.

[0016] Die vorstehende technische Aufgabe wird durch Bereitstellen der in den Ansprüchen gekennzeichneten Ausführungsformen gelöst.

[0017] Insbesondere wird gemäß der vorliegenden Anmeldung:

- (i) eine transparente feuerbeständige Verglasungsplatte aus wenigstens zwei Glasscheiben oder glasartigen Scheiben und wenigstens einer Zwischenschicht aus blähbarem Material, wobei die Zwischenschicht an wenigstens eine der Scheiben gebunden ist, und gebildet ist durch Verdichten von Körnern eines blähbaren hydratisierten Metallsalzes mit einem Gesamtwassergehalt im Bereich von 22 bis weniger als 25 Gew.-%, und
- (ii) ein Verfahren zur Herstellung einer transparenten feuerbeständigen Verglasungsplatte, dadurch gekennzeichnet, dass Körner eines blähbaren hydratisierten Metallsalzes mit einem Gesamtwassergehalt zwischen 22 und weniger als 25 Gew.-% als Schicht auf eine Oberfläche einer Glasscheibe oder glasartigen Scheibe aufgebracht, diese Schicht durch eine weitere Scheibe sandwichartig eingeschlossen, und durch Wärme und reduzierten Druck entgast, verdichtet und laminiert wird,

bereitgestellt.

[0018] Wenn nicht anders angegeben, beziehen sich die nachfolgenden Prozentangaben auf „Gewichtsprozent“.

[0019] Es wurde gefunden, daß eine solche Platte sich weniger leicht in ihren optischen Eigenschaften über den Verlauf der Zeit verschlechtert als eine bekannte Platte, bei der der Wassergehalt etwas höher

ist. Tatsächlich sind die Witterungseigenschaften einer Platte gemäß der vorliegenden Erfindung, wenn alles andere gleich ist, besser als diejenigen einer Platte, deren blähbares Material einen höheren Wassergehalt im Bereich von 29% bis 34% hat und die ein Stabilisierungsmittel enthält, wie Tetramethylammoniumhydroxid. Es ist recht überraschend und es ist nicht verständlich, warum diese günstige Wirkung auftritt, wenn man eine blähbare Schicht mit einem geringeren Wassergehalt verwendet.

[0020] Es ist auch überraschend, daß eine solche Platte verbesserte Feuerbeständigkeitseigenschaften haben kann, da man erwarten würde, daß ein geringerer Wassergehalt in der blähbaren Schicht tatsächlich die Wirksamkeit der Platte vermindern würde, da weniger Schäumungswirkung während des Verlaufs eines Feuers auftreten würde. Tatsächlich wurde gefunden, daß ein dreilagiger Verbund, der eine einzige blähbare Schicht enthält, eingeschlossen zwischen einem Paar von Glas- oder glasartigen Scheiben gemäß der Erfindung, dazu neigt, eine bessere Feuerbeständigkeit zu haben als ein dreilagiger Verbund der gleichen Abmessungen, dessen blähbare Schicht einen höheren Wassergehalt hat. Somit liefert die Erfindung einen zusätzlichen Vorteil, daß man die gleiche Feuerbeständigkeit unter Verwendung einer dünneren und leichteren Platte erzielen kann, ohne die zusätzlichen Komplikationen und Kosten der Erhöhung der Anzahl der Lagen des Verbundes aufwenden zu müssen.

[0021] Überdies begünstigt der ziemlich niedrige Wassergehalt der blähbaren Schicht ihre Härte, so daß sie physikalisch stabiler ist und geringere Neigung zum Kriechen hat. Das Arbeiten in dieser Weise, um eine Schicht mit einem Wassergehalt von nicht weniger als 20% zu bilden, ist vorteilhaft für die Herstellung der Platten mit guter Transparenz.

[0022] Diese Schicht hat einen Wassergehalt von nicht weniger als 22%. Das Vorliegen von solchen Anteilen an Wasser in der blähbaren Schicht liefert sehr gute Schäumungseigenschaften während des Verlaufs eines Feuers und gestattet auch die Bildung einer harten und kompakten Schicht von blähbarem Material, die gute optische Eigenschaften über den Verlauf der Zeit beibehält. Optimal hat eine solche Schicht einen Gesamtwassergehalt von nicht weniger als 23%.

[0023] Eine solche Schicht von Körnern kann leicht verdichtet werden, indem man sie geeigneten Bedingungen von Temperatur und Druck unterwirft, um eine Schicht bilden, in der die einzelnen Körner für das unbewaffnete Auge nicht mehr sichtbar sind, so daß die Schicht ein gleichmäßiges Aussehen bietet und transparent ist. Jedoch kann das Vorliegen solcher Körner beispielsweise durch Ultraschallprüfung oder durch mikroskopische Prüfung entdeckt wer-

den. Demgemäß wird angenommen, daß Korngrenzen, wenn sie auch unsichtbar sind, in der Schicht verbleiben. Es wird angenommen, daß diese Struktur der Schicht einen gewissen Einfluß auf das Verhalten des blähbaren Materials während des Verlaufs eines Feuers hat und vielleicht sogar auf die Eigenschaften der Schicht vor einem Feuer. Ein möglicher Beitragsfaktor für die potentielle verbesserte Feuerbeständigkeit einer Platte gemäß der Erfindung besteht darin, daß, obwohl die Korngrenzen für das unbewaffnete Auge verschwinden, sie doch verbleiben und als eine Vielzahl von Stellen für die Bläschenbildung bei Reaktion des blähbaren Materials während des Verlaufs eines Feuers wirken und somit zu einer feinen Schaumstruktur führen, die eine gute und gleichmäßig isolierende Wirkung über die Plattenfläche ausübt.

[0024] Vorteilhafterweise haben diese Körner eine maximale Abmessung von weniger als 700 µm und sie sind vorzugsweise größer als 10 µm. Zum Beispiel können sie eine maximale Abmessung zwischen 150 µm und 500 µm haben. Dies begünstigt die Leichtigkeit, mit welcher die Körner zu einer kompakten Schicht geformt werden können und es kann auch eine günstige Wirkung auf das Verhalten dieses blähbaren Materials während des Verlaufs eines Feuers haben. Platten mit diesem bevorzugten Merkmal der Erfindung ergeben, wie gefunden wurde, eine feine und gleichmäßige Schaumstruktur, wenn sie intensiver Hitze unterworfen werden, wie dies bei einem Brand der Fall wäre. Dies dürfte wenigstens teilweise auf den relativ geringen Wassergehalt des blähbaren Materials zurückzuführen sein im Vergleich zu dem bisher bei der Herstellung von feuerbeständigen Platten verwendeten, und auch die Tatsache, daß eine verbleibende Körnigkeit in der verdichteten Schicht vorliegt, jedoch kann die Feinheit der verbleibenden Kornstruktur in der Schicht ebenfalls ein Beitragsfaktor sein.

[0025] Wie schon erwähnt, hängt die Wirksamkeit einer feuerbeständigen Platte während des Verlaufs eines Feuers wenigstens teilweise von der Dicke der (oder jeder) Schicht von blähbarem Material ab. Es ist bevorzugt, daß die oder eine solche Schicht von blähbarem Material eine Dicke zwischen 0,1 mm und 5,0 mm hat. Selbst Schichten von dünner als 0,1 mm können ausreichenden kurzzeitigen Schutz gegen Feuer bieten, obwohl natürlich ein besserer Schutz durch dickere Schichten gewährleistet wird. Im allgemeinen gibt die Erhöhung der Dicke einer solchen Schicht über 5 mm keine entsprechende Zunahme im Grad des erzielten Schutzes, und es wurde auch gefunden, daß es schwieriger ist, dickere kompakte Schichten mit guten optischen Eigenschaften zu bilden.

[0026] Das blähbare Material kann aus irgendeinem einer großen Zahl von Metallsalzen sein, obwohl die

Verwendung eines Alkalimetallsalzes bevorzugt wird. Beispiele geeigneter Alkalisalze, die in hydratisierter Form verwendet werden können, sind wie folgt: Kaliumaluminat, Kaliumplumbat, Kaliumstannat, Natriumstannat, Natriumaluminiumsulfat, Kaliumaluminiumsulfat, Natriumborat, Kaliumborat, Natriumorthophosphat und Kaliumsilikat. Aus Gründen der Kosten und der Wirksamkeit wird es jedoch bevorzugt, daß das blähbare Material hydratisiertes Natriumsilikat ist, das gewünschtenfalls mit hydratisiertem Kaliumsilikat gemischt sein kann.

[0027] Vorzugsweise umfaßt die Platte zwei Konstruktionslagen, die über diese blähbare Schicht laminiert sind. Dies ist eine sehr stabile und einfache Plattenstruktur. In ihrer einfachsten Form könnte ein solches Laminat aus Scheiben von Verglasungsmaterial bestehen, die direkt an jede Seite einer blähbaren Schicht gebunden sind. Alternativ, wenn ein höherer Grad an Feuerschutz erwünscht ist, können zwei blähbare Schichten unter Bildung einer laminierten Platte mit drei Konstruktionslagen von Verglasungsmaterial verbunden sein. Es ist leicht ersichtlich, daß zum Erfordernis eines höheren Feuerschutzes dann zwei oder mehr solcher Platten selbst miteinander laminiert werden können, z.B. unter Verwendung von zwischenliegendem Klebstoffmaterial, wie Polyvinylbutyral, nach einem Verfahren, das als solches auf dem Gebiet der laminierten Verglasungen bekannt ist.

[0028] Es wurde schon erwähnt, daß die Alterungseigenschaften der Platte gemäß der Erfindung, wenn alles andere gleich ist, besser sind als die einer Platte, deren blähbares Material einen höheren Wassergehalt im Bereich von 29% bis 34% hat und das ein Stabilisierungsmittel enthält. Es wäre daher natürlich anzunehmen, daß kein Anlaß bestünde, ein solches Stabilisierungsmittel in einer Platte zu verwenden, dessen blähbares Material geringe Feuchtigkeit gemäß der Erfindung hat, da eine solche Platte schon sehr gute Alterungseigenschaften aufweist. Die Verwendung eines solchen Stabilisierungsmittels kann jedoch eine weitere Verbesserung in den Alterungseigenschaften der Platte gemäß der Erfindung ergeben, und überdies kann sie einen weiteren und recht unerwarteten Vorteil darin haben, daß die Verwendung eines solchen Mittels Feuerbeständigkeitseigenschaften der Schicht während des Verlaufes eines Feuers begünstigen kann, und dies ist von besonders günstiger Wirkung in einer Platte mit einer Vielzahl von Schichten von blähbarem Material, die einen solchen Zusatz aufweisen. Es wird demgemäß bevorzugt, daß eine solche Schicht von blähbarem Material, verwendet wird, die wenigstens ein Silikatstabilisierungsmittel enthält.

[0029] Vorzugsweise umfaßt das Silikatstabilisierungsmittel wenigstens eine stickstoffhaltige organische Verbindung, z.B. eine Aminoverbindung, die

wenigstens teilweise dissoziiert ist, z.B. eine quartäre Ammoniumverbindung, wie Tetramethylammoniumhydroxid. Es wird angenommen, daß die Einbeziehung eines Stabilisierungsmittels, wie Tetramethylammoniumhydroxid, gemäß diesem bevorzugten Merkmal der Erfindung nicht nur eine zusätzliche günstige Wirkung bezüglich der Eigenschaften der Platte beim Altern ergibt, sondern auch eine günstige Wirkung auf den Schaum haben kann, der während des Verlaufs eines Feuer gebildet wird und so zur wirksamen Feuerfestigkeit der Platte beiträgt.

[0030] Eine Platte gemäß der Erfindung kann recht einfach hergestellt werden, und die Erfindung umfaßt ein Verfahren zur Herstellung einer lichtdurchlässigen, feuerbeständigen Verglasungsplatte, die wenigstens eine Schicht von blähbarem Material, gebunden an wenigstens eine Konstruktionslage der Platte enthält, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß Körner eines blähbaren hydratisierten Metallsalzes mit einem Gesamtwassergehalt zwischen 22 und < 25 Gew.-% als eine Schicht auf einer Oberfläche einer Lage verteilt werden, um in die Platte einbezogen zu werden, und daß, während die Schicht der Körner zwischen einem Paar von Formplatten sandwichartig eingeschlossen wird, diese Schicht Bedingungen von Wärme und Druck unterworfen wird, um sie zu entgasen und zu verdichten und sie dazu zu bringen, daß sie an diese Oberfläche der Lage der Platte gebunden wird.

[0031] Ein solches Verfahren ist sehr einfach durchzuführen, und es kann unter Verwendung der schon als solche auf dem Gebiet der laminierten Verglasung bekannten Vorrichtungen durchgeführt werden.

[0032] Zusätzlich dazu, daß man der Platte sehr gute Alterungs- und Feuerbeständigkeitseigenschaften verleiht, hat die Wahl der blähbaren Körner mit der angegebenen Feuchtigkeit andere Vorteile. Die Verwendung von blähbaren Körnern mit einem Wassergehalt von < 25% begünstigt eine ausgezeichnete Beibehaltung der optischen Eigenschaften der Platte trotz Altern und solche Körner sind auch leicht vor und während der Herstellung der Platte zu handhaben. Blähbare Körner mit einem Wassergehalt von nicht weniger als 22% sind auch recht leicht zu harten und transparenten Schichten zu verdichten oder wenigstens zu Schichten, die transparent werden, wenn sie zwischen einem Paar von transparenten Scheiben gebunden sind. Das soll nicht bedeuten, daß die erhaltene blähbare Schicht notwendigerweise einen Wassergehalt von 22% oder mehr hat. Wahrscheinlich wird etwas Feuchtigkeit während des Entgasens abgezogen, jedoch wird der mittlere Wassergehalt der Schicht nur sehr wenig geringer sein als der mittlere Wassergehalt der Körner, aus denen sie gebildet wurde. Es wurde gefunden, daß der Unterschied im Wassergehalt zwischen den Körnern und der Schicht höchstens 2% beträgt und vernachlässigbar sein

kann, so daß z.B. eine Schicht, die aus Körnern mit einem mittleren Wassergehalt von 25% gebildet ist, einen mittleren Wassergehalt von zwischen 23% und 25% hat. Wenn Körner von geringerer Feuchtigkeit zur Bildung der Schicht verwendet werden, ist es höchst erwünscht, die Entgasungsbedingungen so zu steuern, daß nur sehr wenig Wasser abgezogen wird. Es ist unerwünscht, einen mittleren Wassergehalt in der Schicht zu haben, der unter 20% liegt, und es wird am meisten bevorzugt, daß dieser Wassergehalt nicht unter 22% liegt.

[0033] Während des Entgasens und Verdichtens wird die blähbare Schicht an die Lage der Platte gebunden, mit der sie in Kontakt ist. Diese Lage kann aus einem Film von thermoplastischem Klebstoffmaterial für das anschließende Binden an die Konstruktionslage einer Platte, wie eine Glasscheibe, gebildet sein. Wenn jedoch dies nicht aus irgendeinem besonderen Grund gewünscht ist, fügt es eine extra Stufe zum Herstellungsverfahren zu und es wird demgemäß bevorzugt, daß diese Schicht von Körnern auf eine Oberfläche einer Glas- oder glasartigen Scheibe verteilt wird, die in die Platte einbezogen wird und die auch die erwähnte Formplatte darstellt.

[0034] Wenn man wünscht, daß diese andere Formplatte nicht an die resultierende blähbare Schicht gebunden wird, kann diese Platte in geeigneter Weise behandelt werden, z.B. mit einem Silikon, jedoch wird es bevorzugt, daß diese Formplatte durch eine Lage gebildet wird oder eine Lage als Oberfläche hat, die Teil der Platte wird und an welche die blähbare Schicht gebunden ist. Die blähbare Schicht kann somit zwischen zwei Lagen der Platte sandwichartig gebunden werden, welche man gleichzeitig zum Verbund formt, wenn die Schicht entgast und verdichtet wird. Tatsächlich kann die ganze Platte durch diese Entgasungs- und Verdichtungsbehandlung angeordnet und zu einem Laminat gebildet werden. Die Platte kann dann zu einem Autoklaven für eine anschließende Hochdruckverbindungsstufe geführt werden, wenn dies erforderlich ist.

[0035] Es ist ersichtlich, daß die gewünschte Anzahl aufeinander alternierenden Arten von Verglasungsmaterial und blähbarem Material auf diese Weise miteinander kombiniert werden können, daß jedoch, die Schwierigkeiten der Herstellung des Laminats von guten optischen Eigenschaften mit der Anzahl der Schichten von blähbarem Material zunimmt, insbesondere wenn drei oder mehr solcher Schichten gleichzeitig verdichtet werden sollen und wenn die Sandwichanordnung während der Verdichtung und/oder der Verbindung solcher Schichten einem Erhitzen unterworfen werden soll, wie noch weiter erläutert wird.

[0036] Es ist auch ersichtlich, daß zwei oder mehr solche Platten, die aus abwechselnden Schichten

von Verglasungsmaterial und blähbarem Material bestehen, selbst unter Verwendung von klebendem, thermoplastischem Filmmaterial miteinander laminiert werden können, wenn eine hohe Feuerbeständigkeit erforderlich ist. Ein solches Verfahren hat praktische Vorteile, wenn man mehrere Schichten von blähbarem Material einbeziehen will.

[0037] Als praktisches Beispiel kann es erwünscht sein, eine feuerbeständige Scheibe mit vier Schichten von blähbarem Material, jede etwa 1,5 mm dick, zu erzeugen. Es wurde gefunden, daß Schichten aus Körnern von blähbarem Material zur Bildung solcher verdichteten Schichten oft bis zu 7mal so dick sein müssen wie die verdichteten Schichten, so daß in der Praxis eine solche Platte während des Entgasens und der Verbindung in ihrer Dicke um bis zu etwa 36 mm schrumpfen kann. Die Herstellung wird vereinfacht, wenn man zwei Platten bildet, von denen jede zwei solche blähbare Schichten enthält und diese Platten miteinander unter Verwendung eines thermoplastischen Klebfilmmaterials, wie Polyvinylbutyral, laminiert. Das Vorliegen eines solchen thermoplastischen Klebfilmmaterials kann auch eine günstige Wirkung auf die Feuerbeständigkeitseigenschaften der Platte haben, indem die Ausbreitung von Rissen aufgrund von Hitzeschock begrenzt wird.

[0038] Bei den am meisten bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung haben die Körner einen Gesamtwassergehalt von nicht weniger als 23% und < 25%.

[0039] Das Vorliegen solcher Mengenanteile an Wasser in den blähbaren Körnern verleiht der gebildeten Schicht sehr gute Schäumungseigenschaften während des Verlaufs eines Feuers und gestattet auch die Bildung einer harten und kompakten Schicht von blähbarem Material, die gute optische Eigenschaften im Verlauf der Zeit besitzt und beibehält.

[0040] Vorzugsweise haben diese Körner solche Größe, daß wenigstens 90 Gew.-% von ihnen eine maximale Abmessung von weniger als 700 µm und vorzugsweise im Bereich von 150 µm bis 500 µm haben. Körner solcher Größen sind bequem zu handhaben und sie verleihen der gebildeten verdichteten Schicht eine Struktur, von der angenommen wird, daß sie günstig zur Verleihung guter Feuerbeständigkeitseigenschaften ist, wie schon festgestellt wurde. Solche Korngrößen sind auch besonders bequem zur Bildung von Schichten mit Dicken, die insbesondere in Betracht gezogen werden, z.B. Schichten, die bis zu einer Dicke zwischen 0,1 mm und 5,0 mm gebildet werden.

[0041] Vorteilhafterweise wird für wenigstens einen Teil der Zeit während der Entgasung und der Bindung die Schicht von blähbarem Material einer Temperatur von wenigstens 80°C unterworfen. Das Aufheizen

des blähbaren Materials zu einer solchen Temperatur begünstigt die Entgasung und Verdichtung und auch das Binden an eine Lage der Platte. Es ist ersichtlich, daß das blähbare Material nicht so hohen Temperaturen unterworfen werden darf, wie sie, im Hinblick auf den auf das Material aufgewandten Druck, zur vorzeitigen Schäumung des blähbaren Materials führen würden. Es sei hier vermerkt, daß es sehr viel leichter ist, zu gewährleisten, eine einzige blähbare Schicht oder jede von zwei blähbaren Schichten einer Platte dem optimalen Heizplan zu unterwerfen als es dies ist, um zu gewährleisten, daß jede von drei oder mehr Schichten optimal erhitzt wird, wenn es auch nur daran liegt, daß die, mittlere Schicht oder mittlere Schichten von der Wärmequelle durch die anderen Lagen der Platte mehr abgeschirmt sind als die äußeren Schichten.

[0042] Vorteilhafterweise wird während der Entgasung der Verbindung die Schicht von blähbarem Material einem Druck von weniger als 30 kPa unterworfen. Dies gestattet ein ausgezeichnetes Entgasen des blähbaren Materials.

[0043] Es wurde schon auf die Verwendung von Zusätzen in einer blähbaren Schicht zur Verbesserung ihrer Alterungseigenschaften Bezug genommen. Die Verwendung eines solchen Zusatzes kann andere unerwartete Vorteile zur Begünstigung der Feuerbeständigkeit während des Verlaufs eines Feuers haben, wie ebenfalls schon bemerkt wurde. Vorteilhafterweise enthält daher dieses blähbare Material wenigstens ein Silikatstabilisierungsmittel. Vorzugsweise umfaßt das Silikatstabilisierungsmittel wenigstens eine stickstoffhaltige organische Verbindung, z.B. eine Aminoverbindung, die wenigstens teilweise dissoziiert ist, z. B. eine quartäre Ammoniumverbindung, wie Tetramethylammoniumhydroxid.

Ausführungsbeispiel

[0044] Bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung werden nun unter Bezugnahme auf die beigefügte Zeichnung beschrieben. Es bedeuten:

[0045] [Fig. 1](#) ist eine schematische Ansicht einer Vorrichtung zur Entgasung und Verdichtung einer Schicht von blähbarem Material in einem Verfahren gemäß der Erfindung.

[0046] In [Fig. 1](#) wurde eine Sandwichplatte hergestellt, die aus zwei Glasscheiben **1**, **2** und einer Zwischenschicht **3** besteht, die aus Körnern von blähbarem Material mit einem Gesamtwassergehalt zwischen 22 und < 25% besteht. Die Körner haben eine Größenfraktion, daß sie durch ein Sieb mit Maschenöffnungen von 500 µm gehen, jedoch auf einem Sieb mit Maschenöffnungen von 150 µm zurückgehalten werden. Die Körner werden einfach lose auf eine erste Glasscheibe ausgebreitet und mit einer Dicke der

Kornsicht von 7mal der gewünschten Enddicke der verdichteten, zu bildenden Schicht geebnet. Die Sandwichplatte wird in einer Hülle **4** eingeschlossen. Die Hülle ist durch eine Vakuumleitung **5** mit einer Pumpe **6** verbunden, mittels welcher unteratmosphärischer Druck in der Hülle aufrechterhalten werden kann, um den Raum zwischen den Scheiben **1, 2** einer Saugwirkung zu unterwerfen. Wenn die Pumpe in Betrieb ist, werden der Deckel und die Bodenwände der Hülle gegen die Hauptaußenflächen der umschlossenen Sandwichanordnung gezogen und die Glasscheiben **1, 2** wirken als Formplatten für das Verdichten der körnigen blähbaren Schicht **3**. Die Hülle ist wenigstens in ihrer Umfangszone **7** genügend starr, um das Zusammenfallen gegen die Ränder des Sandwichverbunds zu verhindern, so daß ein Raum **8**, in dem durch die Pumpe **6** ein unteratmosphärischer Druck aufrechterhalten wird, innerhalb der Hülle **4** um die Kanten der Sandwichanordnung **1, 2, 3** aufrechterhalten wird.

[0047] Die Verwendung einer Hülle, welche die Sandwichanordnung umschließt, bietet den Vorteil, daß die Größe der Hülle, bezogen auf die Abmessung der Sandwichanordnung, nicht kritisch ist. Die Hülle kann leicht auf Sandwichanordnungen eines Bereiches von verschiedenen Größen angewandt werden. Überdies erleichtert die Verwendung einer solchen Hülle das Anlegen von gleichmäßigem Druck über den gesamten Bereich der Hauptflächen des Sandwich während seiner Behandlung, so daß Reaktionskräfte, die aus Druckdifferenzen zwischen der Umgebung, in welcher die Hülle angeordnet ist und dem Raum innerhalb der Hülle, entstehen, nicht so sein können, daß sie ein Verbiegen der äußeren Scheiben **1, 2** des Sandwiches hervorrufen könnten. Solche Biegungen könnten zur Bildung von Blasen in den Rändern der Schicht **3** und auch zu einem nicht flachen Endprodukt führen.

[0048] Bei einer Abwandlung der gerade beschriebenen Vorrichtung werden wahlweise Streben vorgesehen, um Reaktionskräfte abzustützen, die sich aus den Druckdifferenzen zwischen dem Inneren und dem Äußeren der Hülle ergeben könnten. In [Fig. 1](#) sind solche Streben als ein Rahmenpaar **9** der gleichen Form, jedoch etwas größer als die Sandwichanordnung **1, 2, 3**, gezeigt, die durch eine Mehrzahl von Abstandshaltern, wie **10**, im Abstand gehalten werden. Die Rahmen **9** werden durch die Abstandshalter **10** in solchem Abstand gehalten, daß sie die Hülle etwas von den Rändern der Anordnung weg halten, wenn die aufblähbare Schicht in ihrer Dicke auf die in der Zeichnung gezeigte endgültige Abmessung in verpreßtem Zustand geschrumpft ist.

[0049] Heizmittel (nicht gezeigt) können über der oberen und unteren Seite der Hülle **4** angeordnet sein, um das sandwichartig eingeschlossene blähbare Material **3** zu erhitzen und das Verdichten und Bin-

den des Sandwich zu unterstützen.

[0050] Eine Sandwichanordnung kann durch die in [Fig. 1](#) gezeigte Saugvorrichtung in einem einfachen Verfahren behandelt werden, wobei das Äußere der Hülle **4** dem Atmosphärendruck ausgesetzt ist. In einem Beispiel für das Verfahren wird die Pumpe **6** eingeschaltet, um den Druck innerhalb der Hülle zu vermindern, d.h. der Druck, der auf die Ränder der Anordnung in dem Randraum **8** einwirkt, und zwar auf einen Wert unter 30 kPa. Der genaue Optimalwert hängt vom Wassergehalt der verwendeten blähbaren Körner ab. Der erforderliche Wert kann nach einigen Minuten erreicht werden und wird für weitere 100 min aufrechterhalten. Die Sandwichanordnung befindet sich anfänglich auf Raumtemperatur (20°C). Die Sandwichanordnung in der Hülle **4** wird so erwärmt, daß sie nach 45 min eine Temperatur von 90°C erreicht.

[0051] Nach dem erforderlichen Entgasen läßt man den Druck in der Hülle innerhalb von etwa 15 min auf Atmosphärendruck zurückkehren. Am Ende dieser Zeit stellt man fest, daß die körnige Schicht **3** in solchem Ausmaß verdichtet ist, daß die Grenzen zwischen den Körnern für das unbewaffnete Auge unsichtbar geworden sind und man stellt fest, daß die Sandwichanordnung als transparente laminierte Platte verbunden ist. Selbstverständlich kann diese Platte dann in einen Autoklaven für eine anschließende Hochdruckbindungsstufe überführt werden, wenn man dies wünscht.

[0052] Man stellt fest, daß der Wasserverlust aus dem blähbaren Material aufgrund der Saugwirkung während seiner Verdichtung zur Schicht weniger als 2%, bezogen auf das Gewicht der Schicht, beträgt.

Beispiel 1

[0053] Eine Reihe von Platten wurden nach dem oben beschriebenen Verfahren hergestellt, wobei Glasscheiben von jeweils 3 mm Dicke mit einer dazwischenliegenden blähbaren Schicht aus hydratisiertem Natriumsilikat von 1,5 mm Dicke mit einem Gesamtwassergehalt zwischen 23,5 und 24,5 % verwendet wurden. Die Schicht von jeder dieser Platten wurde aus Körnern gebildet, die einen Gesamtwassergehalt von 24,5% hatten und so abgesiebt waren, daß ihre Abmessungen zwischen 150 µm und 500 µm lagen. Das Gewichtsverhältnis von SiO₂ zu Na₂O in Natriumsilikat lag zwischen 3,3 und 3,4:1. Die blähbaren Körner enthielten kein Tetramethylammoniumhydroxyd als die Feuerbeständigkeit begünstigenden Zusatz. Eine Reihe von Vergleichsprüfplatten entsprechender Größe wurde ebenfalls nach einem klassischen Verfahren hergestellt, in welchem zur Bildung jeder solchen Platte hydratisierte Natriumsilikatlösung in situ auf einer Glasscheibe von 3 mm Dicke getrocknet wurde, um Schichten von durch-

schnittlich 1,8 mm Dicke (Bereich 1,5 mm bis 2,1 mm) mit einem Gesamtwassergehalt zwischen 29% und 34% zu bilden. Die Lösung umfaßte 0,25 Gew.-% Tetramethylammoniumhydroxyd als Antialterungszusatz. Das Gewichtsverhältnis von SiO_2 zu Na_2O im Natriumsilikat lag wieder zwischen 3,3 und 3,4:1. Eine zweite Scheibe aus 3 mm dickem Glas wurde an diese Schicht gebunden, um die laminierte Platte zu bilden.

[0054] Die Platten wurden mit praktisch identischen Rahmen unter Bildung von verglasten Anordnungen geformt, um sie der Prüfung gemäß Internationalem Standard Nr. ISO 834-1975 zu unterziehen.

[0055] Zwei verglaste Anordnungen, jede von jeder Reihe von Platten, wurden dann Seite an Seite in die Wand des Ofens eingesetzt. Der Ofen wurde gemäß dem erforderlichen vorbestimmten Plan erhitzt, um die Stabilität und Unversehrtheit der zwei Anordnungen als Schutzschirme gegen den Durchtritt von Flammen und Dämpfen gemäß der Klasse RE zu prüfen. Es wurde festgestellt, daß die Vergleichsanordnung dem Standard ISO 834 bis zum RE-Grad für 30 min, jedoch nicht für 45 min entsprach. Die Anordnung mit einer Platte gemäß der Erfindung erfüllte den Standard ISO 834 zum RE-Grad für mehr als 60 min.

[0056] Zwei Arten von Platten wurden auch Alterungsprüfungen unterzogen. In einer ersten Prüfung wurden die Platten **15** Tage bei 80°C gehalten. Am Ende dieser Zeitspanne waren in einer Platte gemäß der Erfindung keine Mikrobläschen sichtbar, während eine beträchtliche Anzahl von Bläschen in der Vergleichsplatte sichtbar waren, so daß sie Trübung zeigte, obwohl in ihrer blähbaren Schicht das Silikatstabilisierungsmittel vorlag. In der Platte gemäß der Erfindung war eine Trübung erst nach 30 Tagen sichtbar. Bei einer zweiten Prüfung wurden die Platten 500 h lang einer UV-Bestrahlung unterworfen. Die Platte gemäß der Erfindung zeigte keine Mikrobläschen nach dieser Zeit, jedoch die Vergleichsplatte zeigte mehr als zweimal so viel Mikrobläschen wie sie nach der ersten Alterungsprüfung zeigte.

Beispiel 2

[0057] Zwei weitere Reihen von Platten gemäß der Erfindung wurden hergestellt, wobei die gleichen Ausgangsmaterialien wie in Beispiel 1 verwendet wurden. In diesen Reihen bestanden die Platten aus drei Glasscheiben von jeweils 3 mm Dicke und zwei blähbaren Zwischenschichten von jeweils 1,5 mm Dicke.

[0058] Bei einer solchen Reihe von Platten gemäß der Erfindung umfaßten die Schichten einen Mengenanteil von Tetramethylammoniumhydroxid und in der anderen Reihe lag kein solcher Zusatz vor. Das

Tetramethylammoniumhydroxid wurde eingebracht, indem es zu der Silikatlösung gegeben wurde, aus welcher die Körner gebildet wurden, und zwar in einer Menge von 0,125 Gew.-%. Eine Reihe von Vergleichstestplatten des gleichen Aufbaus wurde aus der Lösung des hydratisierten Natriumsilikats mit zugesetztem Tetramethylammoniumhydroxid gemacht, wie dies für die Vergleichstestplatten von Beispiel 1 angegeben ist. Die blähbaren Schichten solcher Vergleichstestplatten hatten wieder eine durchschnittliche Dicke von 1,8 mm.

[0059] Die Platten wurden wieder mit praktisch identischen Rahmen gerahmt, um Verglasungsanordnungen für die Prüfung nach der Arbeitsweise des Internationalen Standards Nr. ISO 834-1975 zu bilden.

[0060] Diese Verglasungsanordnungen wurden dann Seite an Seite in die Wand eines Ofens eingesetzt und der Ofen wurde gemäß dem erforderlichen vorbestimmten Plan erhitzt, um die Stabilität und Unversehrtheit und die Isolation der zwei Reihen von Anordnungen gemäß der Klasse REI zu prüfen. Es wurde festgestellt, daß die verschiedenen Anordnungen alle ihre Unversehrtheit als Schutzwand gegen den Durchtritt von Flammen und Dämpfen beibehielten und die Isolationsanforderungen der Klasse REI zwischen 30 und 35 min erfüllten.

[0061] Andere Platten jeder der Reihen von Verglasungsanordnungen wurden den in Beispiel 1 angegebenen Alterungsprüfungen unterworfen. Es wurde festgestellt, daß gemäß jeder Prüfung alle Platten gemäß der Erfindung bessere Ergebnisse zeigten als die Vergleichsplatten und auch, daß bei den Platten gemäß der Erfindung diejenigen, die blähbares Material mit Tetramethylammoniumhydroxid hatten, bessere Ergebnisse zeigten als die ohne Zusatz.

Beispiel 3

[0062] Zwei weitere Reihen von Platten gemäß der Erfindung wurden, wie in Beispiel 2 angegeben, hergestellt mit der Ausnahme, daß eine äußere Glasscheibe jeder Scheibe 2 mm Dicke hatte statt 3 mm. Die Platten jeder Reihe wurden mit ihren 2 mm Glasscheiben auf der Innenseite miteinander laminiert, wobei zwischenliegende Filme von Polyvinylbutyral (PVB) von 0,76 mm Dicke verwendet wurden. Damit enthielten in einer Reihe solcher PVB-laminierten Platten jede vier 1,5 mm Schichten von hydratisiertem Natriumsilikat mit Tetramethylammoniumhydroxid, während in der anderen Reihe kein Tetramethylammoniumhydroxid vorlag.

[0063] Die Platten wurden wiederum mit praktisch identischen Rahmen gerahmt, um Verglasungsanordnungen zu bilden, welche der Prüfung der Arbeitsweise gemäß Internationalem Standard Nr. ISO 834-1975 unterworfen wurden.

[0064] Die Anordnungen wurden Seite an Seite in die Wand eines Ofens eingesetzt, und der Ofen wurde gemäß dem erforderlichen vorbestimmten Plan erhitzt, um die Wirksamkeit der beiden Reihen von Platten wiederum gemäß Klasse REI zu prüfen. Es wurde festgestellt, daß die Anordnungen, deren Platten kein Tetramethylammoniumoxid enthielten, die Unversehrtheit als Sperre gegen den Durchtritt von Flammen und Dämpfen und zur Erfüllung der Isolationsanforderungen der Klasse REI für Zeitspannen von 55-70 min erfüllten. Die Anordnungen gemäß der Erfindung, deren Platten Tetramethylammoniumhydroxid enthielten, blieben als Flamm- und Rauchschutzbarrieren wirksam und erfüllten die Isolationsanforderungen der Klasse REI für Zeitspannen von 70 bis 80 min.

Beispiel 4

[0065] Eine weitere Reihe von verglasten Anordnungen wurde hergestellt, indem drei Platten jeweils gemäß der Erfindung und wie in Beispiel 2 angegeben hergestellt, zusammen laminiert und dann gerahmt wurden, wobei Zwischenschichten von Polyvinylbutyral von 0,76 mm Dicke verwendet wurden. Die Anordnungen wurden dann Seite an Seite in die Wand eines Ofens gesetzt und der Ofen gemäß dem erforderlichen vorbestimmten Plan erhitzt, um ihre Wirksamkeit wiederum gemäß Klasse REI zu prüfen. Es wurde gefunden, daß diese Anordnungen gemäß der Erfindung als Flamm- und Rauchschutzbarriere wirksam blieben und die Isolationsanforderungen der Klasse REI für mehr als 90 min erfüllten und wenn Tetramethylammoniumhydroxid als die Feuerbeständigkeit begünstigender Zusatz vorlag, erfüllten sie die Anforderungen der Klasse REI bis zu 110 min.

Beispiel 5

[0066] Zwei feuerbeständige Platten gemäß der Erfindung wurden hergestellt, wobei jede drei Scheiben aus Glas von 3 mm Dicke und zwei blähbare Schichten mit jeweils 0,6 mm Dicke aufwiesen. In einer Platte umfaßt das blähbare Material Tetramethylammoniumhydroxid als die Feuerbeständigkeit begünstigenden Zusatz, wie in Beispiel 2 angegeben. In der anderen Platte wurde kein solcher Zusatz benutzt.

[0067] Gerahmte Anordnungen, welche die zwei Platten enthielten, wurden dann auf ihre Stabilität, Unversehrtheit und Isolation (Klasse REI) bei Einwirkung von Feuer untersucht. Die Platte ohne den Zusatz versagte nach 34 min. Die Platte mit dem Zusatz widerstand der Prüfung zwischen 35 und 36 min.

Beispiel 6

[0068] Zwei feuerbeständige Platten wurden hergestellt, wobei jede drei Glasscheiben von jeweils 3 mm, 8 mm und 3 mm Dicke und zwei blähbare

Schichten aufwies. In einer Platte wurde jede blähbare Schicht gemäß der Erfindung, wie in Beispiel 1 angegeben, auf eine Dicke von 2,5 mm gebildet. In der anderen Platte wurden die blähbaren Schichten zu einer Dicke von etwa 1,8 mm nach der klassischen Arbeitsweise, wie für die Vergleichsplatte in Beispiel 1 angegeben, gebildet.

[0069] Gerahmte Anordnungen mit den zwei Platten wurden dann auf ihre Stabilität, Unversehrtheit und Isolation (Klasse REI) bei Einwirkung von Feuer geprüft. Die Vergleichsplatte versagte nach 40 min. Die Platte gemäß der Erfindung widerstand dem Versuch 50 min lang.

Patentansprüche

1. Transparente feuerbeständige Verglasungsplatte aus wenigstens zwei Glasscheiben oder glasartigen Scheiben und wenigstens einer Zwischenschicht aus blähbarem Material, wobei die Zwischenschicht an wenigstens eine der Scheiben gebunden ist, und gebildet ist durch Verdichten von Körnern eines blähbaren hydratisierten Metallsalzes mit einem Gesamtwassergehalt im Bereich von 22 bis weniger als 25 Gew.-%.

2. Verglasungsplatte nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie zwei Scheiben aufweist, die über die blähbare Zwischenschicht zusammen laminiert sind.

3. Verglasungsplatte nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Zwischenschicht einen Gesamtwassergehalt von nicht weniger als 22 Gew.-% hat.

4. Verglasungsplatte nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Zwischenschicht einen Gesamtwassergehalt von nicht weniger als 23 Gew.-% hat.

5. Verglasungsplatte nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Körner eine maximale Abmessung von weniger als 700 µm und vorzugsweise eine Größe zwischen 150 µm und 500 µm haben.

6. Verglasungsplatte nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die oder eine Schicht von blähbarem Material eine Dicke zwischen 0,1 mm und 5,0 mm hat.

7. Verglasungsplatte nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das blähbare Material hydratisiertes Natriumsilikat ist oder aufweist.

8. Verglasungsplatte nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass

die Schicht aus blähbarem Material wenigstens ein Silikatstabilisierungsmittel enthält.

9. Verglasungsplatte nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass das Silikatstabilisierungsmittel eine stickstoffhaltige organische Verbindung, insbesondere eine quartäre Ammoniumverbindung, insbesondere Tetramethylammoniumhydroxid, ist.

10. Verfahren zur Herstellung einer transparenten feuerbeständigen Verglasungsplatte nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass Körner eines blähbaren hydratisierten Metallsalzes mit einem Gesamtwassergehalt zwischen 22 und weniger als 25 Gew.-% als Schicht auf eine Oberfläche einer Glasscheibe oder glasartigen Scheibe aufgebracht, diese Schicht durch eine weitere Scheibe sandwichartig eingeschlossen, und durch Wärme und reduzierten Druck entgast, verdichtet und laminiert wird.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass Körner mit einem Gesamtwassergehalt von nicht weniger als 23 Gew.-% eingesetzt werden.

12. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass wenigstens 90% der Körner mit einer maximalen Abmessung von weniger als 700 µm und insbesondere Körner mit einer Größe im Bereich von 150 µm bis 500 µm eingesetzt werden.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Schicht zu einer Dicke zwischen 0,1 mm und 5,0 mm geformt wird.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Schicht aus hydratisiertem Natriumsilikat gebildet wird oder hydratisiertes Natriumsilikat enthält.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass wenigstens zeitweise während der Entgasung und Verbundbildung die Schicht von blähbarem Material einer Temperatur von wenigstens 80°C ausgesetzt wird.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass während der Entgasung und Verbundbildung die Schicht von blähbarem Material einem Druck von weniger als 30 kPa unterworfen wird.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass blähbares Material, das wenigstens ein Silikatstabilisierungsmittel enthält, verwendet wird.

18. Verfahren nach Anspruch 17, dadurch ge-

kennzeichnet, dass als Silikatstabilisierungsmittel wenigstens eine stickstoffhaltige organische Verbindung, insbesondere eine quartäre Ammoniumverbindung, insbesondere Tetramethylammoniumhydroxid, verwendet wird.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

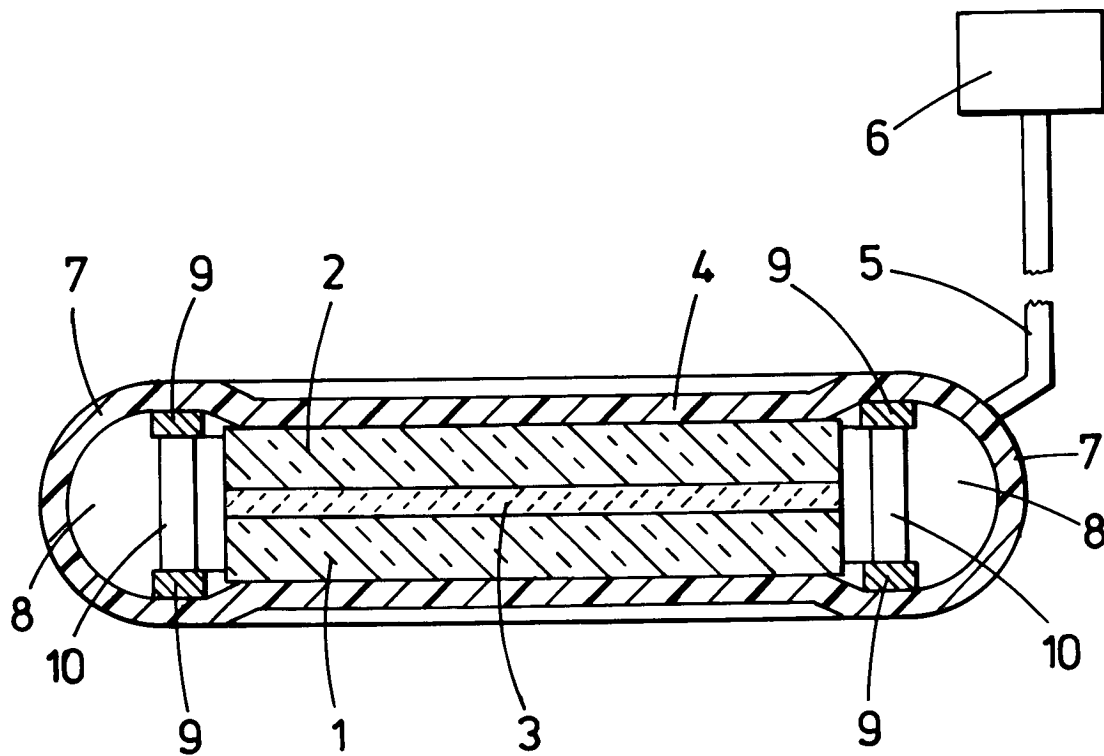


FIG. 1