

ROYAUME DE BELGIQUE

NUMERO DE PUBLICATION : 1016510A3

SPF ECONOMIE, P.M.E.,

NUMERO DE DEPOT : 2005/0218

Classif. Internat. : B32B C03C

CLASSES MOYENNES & ENERGIE

Date de délivrance le : 05 Décembre 2006

Le Ministre de l'Economie,

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 27 Avril 2005 à 12H25 à l'Office de la Propriété Intellectuelle

ARRETE :

ARTICLE 1.- Il est délivré à : GLAVERBEL
Chaussée de la Hulpe 166, B-1170 BRUXELLES(BELGIQUE)

représenté(e)s par : BOUVY Jacques, GLAVERBEL Centre R. & D. Départ. Propriété Industrielle, Rue de l'Aurore 2 - B 6040 Jumet.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : VITRAGE ANTI-FEU.

INVENTEUR(S) : Dury Bertrand, Glaverbel-Centre R&D, Rue de l'Aurore 2, B-6040 Jumet (BE); Degand Etienne, Glaverbel-Centre R&D, Rue de l'Aurore 2, B-6040 Jumet (BE)

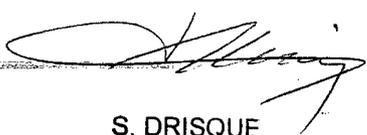
ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Pour expédition certifiée conforme

Bruxelles, le 05 Décembre 2006
PAR DELEGATION SPECIALE :



DRISQUE S.
Conseiller



S. DRISQUE
Conseiller

.be

Vitrage anti-feu

La présente invention concerne les vitrages anti-feu comportant une couche de matériau intumescent à base de silicate alcalin hydraté.

Les vitrages anti-feu comportant en plus de feuilles de verre, une ou plusieurs feuilles de matériau intumescent sont largement répandus dans le commerce. Ils présentent des qualités de résistance au feu variées en fonction de leur constitution. En dehors de leur qualité de résistance au feu ils doivent aussi assurer une certaine résistance mécanique. Ces deux propriétés peuvent être obtenues par un choix approprié de structure comprenant notamment plusieurs feuilles de verre associées à plusieurs feuilles de matériau intumescent.

Pour une utilisation satisfaisante les produits en question doivent être exempts de défauts, et en particulier de défauts qui en altèrent la transparence. Il est connu que parmi les défauts possibles pour ce type de produits, les plus fréquents concernent la formation de bulles et/ou de voile (haze). Ces défauts apparaissent le plus souvent à l'épreuve du vieillissement. Pour être parfaitement satisfaisants il convient que ces produits conservent leur qualité optique au moins sur une durée qui n'est pas inférieure à 10 ans.

Un facteur reconnu comme favorisant le vieillissement accéléré est l'exposition aux rayons ultraviolets. Compte tenu de ce que les produits en question sont très souvent exposés à des rayonnements riches en ultraviolets, notamment aux rayonnements solaires, la conservation des qualités optiques nécessite la mise en œuvre de dispositions spécifiques.

Différents moyens ont été proposés pour prévenir l'altération des propriétés optiques des vitrages comportant des couches à base de silicates alcalins hydratés, étant entendu que les feuilles de verre clair traditionnelles qui enveloppent ces couches, à l'évidence ne constituent pas une barrière suffisante aux rayons ultraviolets.

Parmi les moyens proposés figure en particulier l'utilisation d'une feuille connue pour constituer un filtre efficace aux UV, et qui par ailleurs est couramment utilisée dans la constitution de vitrages feuilletés pour leur conférer des propriétés de résistance aux impacts. Les feuilles de polyvinylbutyral sont

particulièrement appropriées. On sait notamment que même sous une épaisseur relativement faible, de 0,38 mm environ, plus de 95% des rayons UV sont arrêtés. Cependant l'utilisation de feuilles polymères dans les vitrages anti-feu n'est pas toujours appropriée. La présence de matériaux organiques est de préférence évitée dans ce type de produits en raison de leur comportement au feu. Par ailleurs la mise en œuvre impose une disposition bien définie de cette feuille sur le trajet du rayonnement incident de telle sorte qu'elle fasse effectivement obstacle aux rayons UV avant que ceux-ci ne parviennent jusqu'à la couche sensible qui doit être protégée.

10 D'autres propositions ont été faites qui consistent à utiliser notamment une couche mince d'oxyde de titane déposée sur la feuille de verre au moins du côté de la lumière incidente. Les études des inventeurs ont montré que la présence d'une couche de ce type en termes de protection contre les UV, est insuffisante pour prévenir la dégradation de la couche intumescence.

15 L'invention a donc pour but de fournir des vitrages anti-feu comportant des couches intumescences à base de silicates alcalins protégés contre les altérations résultant de l'exposition aux rayons ultraviolets.

20 Selon l'invention, des vitrages de ce type comprennent au moins une feuille de verre dont la composition permet de réduire considérablement la transmission des ultraviolets. Plus précisément les vitrages selon l'invention comportent au moins une feuille de verre dont la transmission des ultraviolets de longueur d'onde inférieure à 345 nm, n'est pas supérieure à 20%, de préférence pas supérieure à 15% et façon particulièrement avantageuse n'est pas supérieure à 10%. Pour les plus performantes les feuilles de verre filtrant les UV ne transmettent pas plus de 8% des longueurs d'onde inférieures à 345 nm.

25 La feuille de verre filtrant les ultraviolets offre par ailleurs une transmission dans le visible qui n'est pas inférieure à 80% et de préférence pas inférieure à 85%.

30 Pour être parfaitement satisfaisants, les produits selon l'invention doivent être pratiquement "neutres" en coloration ou légèrement gris ou bleutés.

Les éléments concernant les paramètres optiques utilisés dans la définition de l'invention suivent les formes normalisées suivantes:

- la transmission lumineuse totale (TL). Cette transmission totale est le résultat de l'intégration entre les longueurs d'onde de 380 et 780 nm de l'expression:

$\Sigma T_{\lambda} \cdot E_{\lambda} \cdot S_{\lambda} / \Sigma E_{\lambda} \cdot S_{\lambda}$, dans laquelle T_{λ} est la transmission à la longueur d'onde λ , E_{λ} est la distribution spectrale de l'illuminant et S_{λ} est la sensibilité de l'oeil humain normal en fonction de la longueur d'onde λ ;

- 5 - la transmission totale dans l'ultraviolet (TUV). Cette transmission totale est le résultat de l'intégration entre 280 et 380 nm de l'expression: $\Sigma T_{\lambda} \cdot U_{\lambda} / \Sigma U_{\lambda}$. dans laquelle U_{λ} est la distribution spectrale du rayonnement ultraviolet ayant traversé l'atmosphère, déterminée dans la norme DIN 67507.

10 Pour les produits traditionnels dans lesquels la couche intumescence est à base de silicates alcalins hydratés, il est apparu à l'expérience que la dégradation était essentiellement due à des longueurs d'onde inférieures à 345 nm. La dégradation pour des longueurs d'ondes plus grandes n'est pas perceptible dans la durée des essais de vieillissement. De façon analogue, les mesures entreprises par les inventeurs ont permis de déterminer le seuil quantitatif au-delà duquel les rayons UV de longueur d'onde inférieure à 345 nm pouvaient conduire
15 à l'apparition de défauts dans les limites de temps compatibles avec une utilisation normale.

Les inventeurs ont également établi que la sensibilité aux UV de la couche intumescence dépend pour partie de la nature de cette couche. L'apparition des défauts de type "bulles" ou "voile", semble d'autant plus marquée
20 que la teneur en eau de cette couche est plus élevée. Dans ce sens les silicates de sodium hydratés qui sont les produits les plus usuels sont particulièrement sensibles.

En fonction des essais, et selon la nature des silicates, la valeur de 20% des rayons UV pour la longueur d'onde de 345 nm de la lumière solaire
25 apparaît comme le seuil le plus haut qui puisse être supporté sans risque d'apparition des défauts. De préférence cette valeur est au plus de 15%, ou même 10%, et avantageusement est aussi faible que possible. Autrement dit une filtration des UV qui ne permet pas de descendre en dessous de cette proportion, n'améliore pas la résistance aux UV de manière suffisante pour tout produit du
30 type silicate alcalin hydraté. Pour les produits les plus sensibles à cette possible altération comme les silicates de sodium, le seuil est de préférence de seulement 5% du rayonnement UV.

Les vitrages anti-feu selon l'invention comportent une ou plusieurs feuilles de verre qui en raison de leur composition, constituent un filtre anti-UV.

Différents verres sont connus pour avoir des propriétés de transmission limitée dans les UV. Ces verres sont utilisés en particulier pour la constitution de vitrages automobiles afin de protéger les garnitures contre les effets de dégradation liés à l'exposition aux UV du rayonnement solaire. Dans les verres
5 utilisés à cet effet les plus usuels comportent une teneur en fer relativement importante. La présence des oxydes de fer réduit sensiblement la transmission des UV mais s'accompagne également d'une forte coloration à dominante verte. L'utilisation dans les vitrages automobile s'accommode de cette coloration. A l'inverse, dans les applications anti-feu, des vitrages aussi neutres que possible
10 sont demandés.

A titre indicatif la teneur en fer des verres anti-UV selon l'invention est avantageusement au plus égale à 0,12% de manière à réduire la coloration induite. De façon préférée cette teneur ne dépasse pas 0,1% et avantageusement est au plus égale à 0,8%.

15 D'autres constituants des compositions verrières sont connus pour réduire la transmission des UV. C'est le cas par exemple de l'oxyde de titane. Ajouté aux constituants de base, aux concentrations efficaces, l'oxyde de titane a pour inconvénient de conduire à une coloration jaune indésirable.

20 En conséquence le choix des inventeurs s'est porté vers des compositions verrières comprenant du cérium. Ces compositions ont pour avantage de n'entraîner qu'une modification très légère de la coloration aux concentrations utiles, et la transmission lumineuse de ces verres dans le visible est pratiquement inchangée.

25 La concentration de l'oxyde de cérium est de préférence comprise entre 0,2 et 2% en poids du verre. De manière préférée cette teneur est comprise entre 0,3 et 1,2 et de façon particulièrement préférée de 0,4 à 1%.

L'oxyde de cérium n'est pas totalement incolore notamment aux concentrations les plus élevées ou sous des épaisseurs de verre importantes. Il induit une légère coloration jaune. Pour neutraliser cette coloration il est
30 avantageux d'introduire un agent colorant qui neutralise cette coloration. Plusieurs composants sont susceptibles d'être utilisés, notamment le chrome ou le vanadium. Ces composés bien qu'ils fassent disparaître la nuance jaune induisent une légère coloration verte. Pour cette raison on leur préfère l'oxyde de cobalt. Aux concentrations nécessaires pour neutraliser la coloration venant du cérium,
35 pratiquement le cobalt conduit à un verre clair.

Le cobalt est ainsi avantageusement introduit à des teneurs pondérales de 1 à 12 parties par million. La teneur est bien évidemment fonction de celle en cérium du verre considéré. Plus la teneur en cérium est élevée, plus celle de cobalt doit l'être également pour obtenir une bonne neutralisation.

5 Dans la détermination de l'épaisseur nécessaire de la feuille de verre filtrant les UV, il faut aussi tenir compte des autres éléments entrant dans la composition du vitrage, susceptibles de réduire la transmission des UV. A titre indicatif même les feuilles de verre clair ont une incidence sur cette transmission. Pour les feuilles de verre clair ordinaire la transmission des UV en fonction de
10 l'épaisseur de la ou des feuilles est de l'ordre indiqué dans le tableau suivant.

Epaisseur en mm	2	3	4	5	6	8	10	12
TUV %	70	64	57	55	53	48	44	41

Dans la détermination de la transmission des UV comme indiqué précédemment, la plage considérée comporte une part importante supérieure au seuil retenu de 345 nm. L'influence effective de la feuille de verre tient compte de
15 cette distribution spectrale. Autrement dit, elle est un peu moindre que ne le laisse supposer le tableau précédent.

Les vitrages anti-feu comportent sur leurs faces des feuilles de verre qui sont le plus usuellement de 3 ou 4 mm. Les UV qui atteignent la première couche intumescence sont donc déjà réduits d'environ un tiers. Cette proportion
20 pour des feuilles de verre plus épaisses, moins usuelles, peut descendre à moins de la moitié. Les feuilles de verre filtrant les UV, selon l'invention peuvent être adaptées en conséquence.

L'introduction d'un filtre anti-UV ne se justifie que dans les utilisations dans lesquelles la couche de silicates est effectivement soumise à un rayonnement susceptible d'altérer la transparence du vitrage. Dans ce sens, si une
25 face seulement du vitrage est exposée à un tel rayonnement, le filtre anti-UV peut être limité au côté correspondant à l'incidence de ce rayonnement. Dans l'hypothèse inverse, à savoir lorsque le rayonnement UV peut provenir indifféremment d'un côté ou de l'autre du vitrage, il conviendra de disposer d'un
30 filtre UV de chaque côté de la couche intumescence.

Dans les vitrages comportant une pluralité de feuilles de verre et de couches intumescences, il va de soi que la protection des couches doit être

effectuée sur les faces exposées les premières aux UV. Pour les couches ou les faces situées plus profondément dans le vitrage, elles bénéficient automatiquement de la protection des couches précédentes.

5 Les vitrages anti-feu tels que décrits précédemment peuvent aussi faire l'objet d'un montage sous forme de vitrage double. Comme précédemment il suffit pour garantir les propriétés optiques que le rayonnement incident soit filtré avant de parvenir jusqu'à la couche intumescente. Si la première feuille du vitrage double n'est pas de type anti-feu, il peut être avantageux de choisir de la constituer avec le verre filtrant les UV.

10 L'invention est décrite de façon plus détaillée en faisant référence aux dessins dans lesquels:

- la figure 1 est une vue schématique en coupe montrant une structure de base d'un vitrage anti-feu;
- la figure 2 analogue à la précédente présente un vitrage anti-feu
15 selon l'invention, dont la couche intumescente est protégée contre les altérations dues aux UV;
- la figure 3 montre un autre mode de réalisation de l'invention comportant une feuille anti-UV de chaque côté de la couche intumescente;
- la figure 4 présente un mode de réalisation selon l'invention dans
20 lequel une feuille de verre est remplacée par un ensemble feuilleté;
- la figure 5 illustre la mise en œuvre d'un vitrage anti-feu dans une structure de vitrage double;
- la figure 6 est un graphique montrant les variations de
25 transmission de différents vitrages en fonction de la longueur d'onde considérée;
- la figure 7 montre l'incidence de la teneur en oxyde de cérium d'une feuille de verre anti-UV.

30 Le type de vitrage concerné par l'invention est représenté en coupe à la figure 1. Le vitrage anti-feu dans sa configuration la plus élémentaire comprend deux feuilles de verre (1 et 2), réunies au moyen

d'une feuille de matériau intumescent (3) constitué de silicate alcalin hydraté.

Les feuilles de verre sont soit de verre "float" usuel, soit le cas échéant de verre à faible coefficient de dilatation thermique du type borosilicaté.

Les structures des vitrages anti-feu du commerce peuvent assembler plusieurs feuilles de matériaux intumescents et un nombre correspondant de feuilles de verre. De même l'épaisseur des feuilles de verre et celle de la, ou des feuilles de matériau intumescent, varient en fonction des modes de production et des applications envisagées. Les structures les plus épaisses, et celles constituées de multiples feuilles de verre et de matériau intumescent conduisant normalement aux vitrages les plus résistants à l'épreuve du feu.

Quelle que soit la structure choisie, la question de la transparence, et plus précisément de l'absence d'apparition de bulles ou de voile dans le temps, reste attachée à la présence de ces feuilles de matériau intumescent exposées aux rayons UV. Dans une certaine mesure plus l'épaisseur totale du matériau intumescent est grande, plus les défauts liés au vieillissement altèrent la transparence du vitrage, et donc plus il est nécessaire de faire en sorte d'éviter l'apparition de ces défauts.

Dans la forme présentée les feuilles de verre sont "simples". Dans certaines réalisations une ou plusieurs feuilles de verre "monolithiques" peuvent être remplacées par une ou plusieurs feuilles stratifiées constituées par exemple de deux feuilles de verre réunies au moyen d'une feuille intercalaire thermoplastique du type polyvinylbutyral (PVB), vinyl-acétate d'éthylène (EVA) etc. L'utilisation des feuilles de ce type a pour but généralement d'améliorer les qualités mécaniques du vitrage. Les propriétés des matériaux constitutifs de ces intercalaires présentent cependant un certain nombre d'inconvénients lorsqu'ils sont soumis à l'épreuve du feu, notamment du fait qu'ils conduisent à un dégagement de fumées provenant de leur décomposition. Lorsqu'ils sont présents dans un vitrage, on s'efforce de les disposer de telle sorte que ces inconvénients soient minimisés. En particulier ils sont placés de préférence du côté des vitrages le moins susceptible d'être exposé au feu ou, dans les structures plus complexes comportant plus de deux feuilles de verre, ils

sont situés éventuellement au centre de ces structures.

Comme indiqué précédemment les feuilles de PVB constituent accessoirement un filtre très puissant contre les rayons UV. L'utilisation systématique de ces feuilles comme protection contre la dégradation des couches
5 intumescents n'est cependant pas souhaitable généralement en raison des difficultés indiquées ci-dessus à propos de la tenue au feu de ces matériaux, en raison aussi de ce qu'elle s'accompagne d'un accroissement de l'épaisseur totale du vitrage, en raison encore du coût, des feuilles de PVB qui constitue un élément important du coût de l'ensemble.

10 Les matériaux intumescents dont il est question sont de natures variées. Leur composition à base de silicates alcalins hydratés se distingue, notamment par la nature des silicates utilisés. Les plus usuels sont les silicates de sodium, mais les silicates de potassium sont également souvent utilisés éventuellement en mélange avec les silicates de sodium. Le choix de l'un ou
15 l'autre de ces alcalins influe aussi sur les proportions des autres constituants et notamment sur la teneur en eau.

Les matériaux intumescents se caractérisent encore par les proportions relatives de Si et d'alcalins présents dans la composition. Ce rapport définit ce qui est présenté habituellement comme reflétant le caractère plus ou
20 moins "réfractaire" de ces matériaux. Une autre caractéristique significative de ces matériaux est leur teneur en eau, qui est parfois présentée indirectement par la "perte au feu" du produit, désignant le pourcentage pondéral de ce qui est éliminé lorsque le matériau est calciné. L'eau présente dans le matériau intumescent, en se dégageant sous l'effet de la chaleur, est responsable de la formation de la
25 mousse dont dépend la qualité anti-feu.

D'autres constituants participent à la composition de ces matériaux. Il s'agit d'éléments variés qui, soit contribuent à l'amélioration des propriétés anti-feu, soit participent de la stabilité du produit dans le temps, soit facilitent la production de ces vitrages. Parmi les éléments les plus utilisés figurent notamment
30 les composés polyols et en particulier la glycérine qui favorise notamment une certaine plasticité du matériau intumescent.

La nature et les propriétés des matériaux en question font l'objet de nombreuses publications antérieures. A titre indicatif on peut se reporter notamment aux publications de brevet: EP 1 027 404, FR 2 607 491, FR 2 399
35 513.

Dans un premier temps les inventeurs ont recherché les conditions d'exposition susceptibles de conduire à l'apparition de défauts lorsque le vitrage est soumis à un vieillissement dans des conditions accélérées. Ils ont ainsi pu déterminer les caractéristiques des radiations responsables de la formation de ces défauts. Pour cela ils ont soumis des échantillons de vitrages identiques à un même rayonnement mais en filtrant ce rayonnement au moyen de filtres connus permettant d'éliminer les longueurs d'onde inférieures à des valeurs déterminées.

Pour ces essais le vitrage est constitué de deux feuilles de verre clair ordinaire de 2,85 mm d'épaisseur, réunies au moyen d'une couche de silicate de sodium hydraté de 1mm d'épaisseur. Le verre est de type silico-sodo-calcique traditionnel. Sa transmission lumineuse sous une épaisseur de 4mm s'établit à 90%. La transmission dans les UV pour la même épaisseur est de 57%. La couche de silicate de sodium présente un rapport Si/alcalins de 3,3. La teneur en eau est de 20%, et la teneur en glycérine est de l'ordre de 15%.

Ainsi à l'expérience il est apparu que les longueurs d'onde supérieures à 345 nm n'entraînaient pratiquement l'apparition d'aucun défaut, notamment de bulles, après une exposition équivalant à 10 ans dans des conditions d'utilisation naturelles.

La même épreuve de vieillissement a été reproduite avec des éléments constitutifs du vitrage anti-feu lui-même. En particulier on a vérifié qu'un vitrage comprenant un ensemble feuilleté constitué de deux feuilles de verre de 1,6 mm d'épaisseur, réunies par une feuille de PVB de 0,38mm était effectivement protégé contre les radiations nuisibles à la longévité du produit. Dans cette configuration après les 1000 heures d'épreuve correspondant aux 10 ans de vieillissement naturel, le produit n'était pas sensiblement altéré par l'apparition de bulles ou de "haze" lorsque que l'irradiation était effectuée du côté comportant le PVB.

La figure 2 illustre le principe de l'invention. La structure présentée comporte au moins une feuille de verre (4) faisant office de filtre du côté exposé au rayonnement UV, de telle sorte que la couche intumescence se situe en aval sur le trajet du rayonnement.

La figure 3 présente un vitrage dont les deux feuilles de verre (5,6) situées de part et d'autre de la couche intumescence sont de composition faisant obstacle à la transmission des UV. Une telle structure est nécessaire lorsque les deux faces du vitrage peuvent être exposées aux UV.

La figure 4 présente un vitrage comportant un ensemble feuilleté formé de deux feuilles de verre (1,1') et d'un intercalaire de type PVB (7). L'autre feuille de verre (8) est simple. La présence de la feuille de PVB qui constitue un puissant filtre UV fait que du côté du feuilleté il est superflu de prévoir un filtre supplémentaire. A l'inverse la face opposée qui ne comporte pas de feuilleté doit faire l'objet d'une protection anti-UV spécifique au moyen d'une feuille (8) présentant une composition telle qu'elle forme un filtre si elle est exposée aux UV.

La figure 5 illustre un mode de réalisation d'un vitrage double comportant un élément anti-feu (1,2,3) du type présenté à la figure 1. La feuille de verre (9) associée à l'élément anti-feu est séparée de celui-ci par un espacement (10) ordinairement confiné et isolé de l'atmosphère environnante. Dans le cas où le rayonnement incident rencontre en premier la feuille (9), il est avantageux de la choisir d'un verre filtrant les UV ce qui permet de l'utilisation d'un vitrage anti-feu sans spécificité. On limite ainsi la diversité des éléments produits et leur stockage.

Les combinaisons indiquées ci-dessus ne sont que quelques unes des possibilités offertes pour constituer des vitrages anti-feu selon l'invention qui peut recouvrir de multiples variantes. En particulier les vitrages anti-feu en dehors de la feuille de verre filtrant les UV, peut aussi comporter des couches minces connues pour faire office de filtre complémentaire.

La détermination de la transmission lumineuse pour différentes configurations de l'art antérieur fait l'objet de la figure 6. Sur le graphique, la transmission lumineuse est reportée en fonction de la longueur d'onde.

Sur ce graphique la courbe I est celle correspondant à une feuille de verre "float" clair seule, de 2,85 mm d'épaisseur. On constate que les longueurs d'onde inférieures à 345 nm sont largement transmises. L'élimination totale n'est atteinte de façon progressive que pour des longueurs d'onde inférieures à environ 310 nm. Une partie significative des rayons UV responsables de l'altération de la couche intumescence est donc transmise jusqu'à celle-ci. En pratique cela conduit à l'apparition de défauts gênants, après seulement l'équivalent d'une année d'exposition dans les conditions naturelles.

La courbe II est donnée à titre indicatif de l'influence du verre lui-même sur la transmission aux diverses longueurs d'onde. Dans le cas considéré, la feuille de verre clair a cette fois une épaisseur de 4,85 mm. Globalement le profil de la courbe de transmission est analogue au précédent avec un décalage vers les

longueurs d'onde un peu plus grandes. La disparition complète de la transmission ne débute qu'à environ 320 nm. Globalement le maximum de transmission aussi bien pour les faibles longueurs d'onde que pour le visible est abaissé. Cependant on constate que la fraction transmise, dont la longueur d'onde est inférieure à 345 nm, reste très significative. L'accroissement de l'épaisseur de la feuille de verre protégeant la couche intumescence ne permet pas de protéger convenablement celle-ci contre les altérations liées au vieillissement. Comme précédemment après une année d'exposition aux conditions naturelles, la couche présente de bulles en quantité indésirable.

10 La courbe III est obtenue en utilisant pour "filtre" un feuilleté constitué de deux feuilles de verre de 1,6 mm d'épaisseur chacune, et d'un intercalaire de PVB de 0,38 mm d'épaisseur. L'ensemble feuilleté constitue contrairement aux cas précédents un filtre particulièrement efficace pour toutes les longueurs d'onde inférieures à environ 380 nm. Ceci explique la très bonne tenue de la couche intumescence protégée par la présence de la feuille de PVB. Après 15 une année d'exposition naturelle pratiquement aucune modification n'est décelable pour les propriétés optiques de la couche intumescence et des vitrages comportant cette couche.

La courbe IV correspond à la transmission d'une feuille de verre de même type que celle faisant l'objet de la courbe I, mais cette fois une couche d'oxyde de titane de 100 nm d'épaisseur est ajoutée sur toute la surface de la feuille, comme proposé antérieurement. On constate que la présence de la couche d'oxyde de titane modifie sensiblement le spectre de transmission. Néanmoins dans les longueurs d'onde inférieures à 345 nm, la proportion d'UV transmis reste 25 significative. A 345 nm elle est encore de l'ordre de 30%. Le filtre est insuffisant pour les couches intumescences sensibles aux UV.

La figure 7 montre les spectres de transmission de feuilles de verre de 2,85 mm d'épaisseur pour des compositions comprenant différentes teneurs d'oxyde de cérium respectivement 0,3 (V), 0,7 (VI) et 1% (VII) en poids.

30 La présence des verres filtrant les UV modifie un peu la transmission lumineuse globale dans le visible. Le graphique ne permet pas de rendre compte de cette faible variation, la contribution à cette transmission se situant essentiellement entre 400 et 800 nm. Au total la présence d'un verre filtrant les UV réduit cette transmission d'environ 1 à 2%.

35 Avec les verres au cérium, on constate qu'en dessous d'environ 350

nm, la transmission tombe à des niveaux suffisamment bas pour que le matériau intumescant soit convenablement protégé par ce filtre, pour toutes les concentrations essayées. Les transmissions des UV en dessous du seuil de 345 nm montrent une décroissance quand la concentration en cérium croît mais de manière limitée. En fait même pour les teneurs les plus faibles essayées la transmission de UV est rapidement inférieure à 10%. Une augmentation de la concentration n'apporte qu'un accroissement limité de l'effet protecteur.

L'accroissement de l'épaisseur du verre anti-UV est un autre moyen d'améliorer la protection. De préférence dans la mesure où une protection suffisante est atteinte avec une épaisseur de verre habituelle, il est préférable de conserver cette épaisseur pour les verres anti-UV pour ne pas alourdir les produits considérés. On utilisera donc des épaisseurs accrues de préférence seulement lorsqu'une protection encore plus efficace s'avère nécessaire.

A titre de comparaison des différentes structures, il est commode de mesurer leur taux de transmission des UV à 345 nm. Pour les structures précédentes les valeurs de transmission sont:

	verre clair 2,85 mm	75%
	verre clair 4,85 mm	65%
	feuilleté avec PVB	~0%
20	verre de 2,85mm comportant 0,7% d'oxyde de cérium	9%

REVENDEICATIONS

1. Vitrage anti-feu comprenant au moins une couche intumescence à base de silicate alcalin hydraté comprise entre des feuilles de verre dont au moins une présente une composition filtrant les rayons ultraviolets auxquels le vitrage est exposé, la feuille filtrant les ultraviolets
5 ne transmettant pas plus de 20%, des rayons de longueurs d'onde égales et inférieures à 345nm.

2. Vitrage selon la revendication 1 dans lequel la feuille filtrant les ultraviolets ne transmet pas plus de 15%, des rayons de longueurs d'onde égales et inférieures à 345nm.

10 3. Vitrage selon l'une des revendications précédentes dans lequel la feuille filtrant les ultraviolets présente une transmission lumineuse qui n'est pas inférieure à 80%.

4. Vitrage selon l'une des revendications précédentes dans lequel la feuille de verre filtrant les ultraviolets comporte dans sa
15 composition de l'oxyde de cérium.

5. Vitrage selon la revendication 4 dans lequel la teneur pondérale en oxyde de cérium de la feuille filtrant les UV est de 0,2 à 2% .

6. Vitrage selon la revendication 4 dans lequel la teneur pondérale en oxyde de cérium de la feuille filtrant les UV est de 0,3 à
20 1,2%

7. Vitrage selon la revendication 4 dans lequel la teneur pondérale en oxyde de cérium de la feuille filtrant les UV est de 0,4 à 1%

8. Vitrage selon l'une des revendications 4 à 7 dans lequel la composition du verre de la feuille filtrant les UV et comprenant de
25 l'oxyde de cérium contient également du cobalt en quantité assurant la neutralité de la couleur de la feuille.

9. Vitrage selon la revendication 8 dans lequel la teneur en cobalt est de 1 à 12ppm.

10. Vitrage selon l'une des revendications précédentes constituant un vitrage double, un des éléments de celui-ci étant constitué d'au moins deux feuilles de verre et d'une couche intumescence de silicate alcalin hydraté, l'autre élément comportant au moins une feuille de verre u
- 5 filtrant les rayons ultraviolets auxquels le vitrage est exposé, la feuille filtrant les ultraviolets ne transmettant pas plus de 20%, des rayons de longueurs d'onde égales et inférieures à 345 nm.

2005/0218

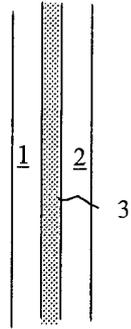


Fig. 1

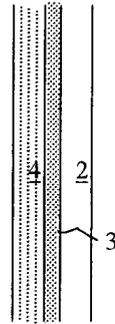


Fig. 2

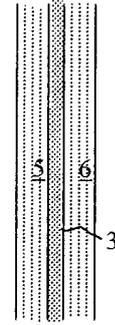


Fig. 3

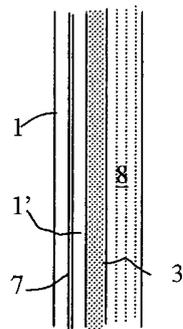


Fig. 4

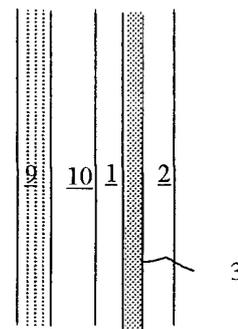


Fig. 5

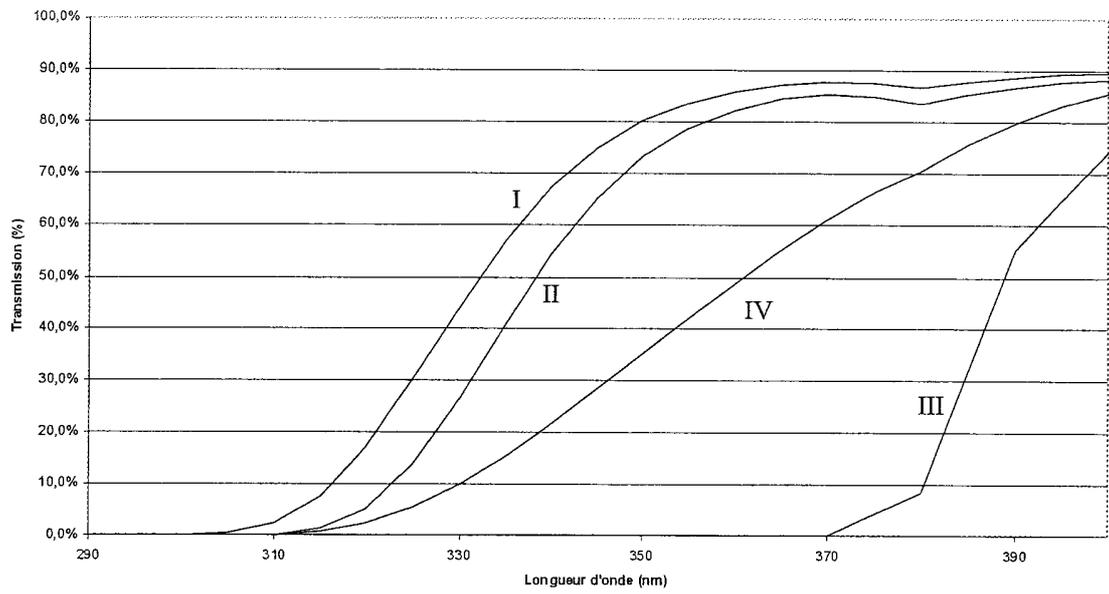


Fig. 6

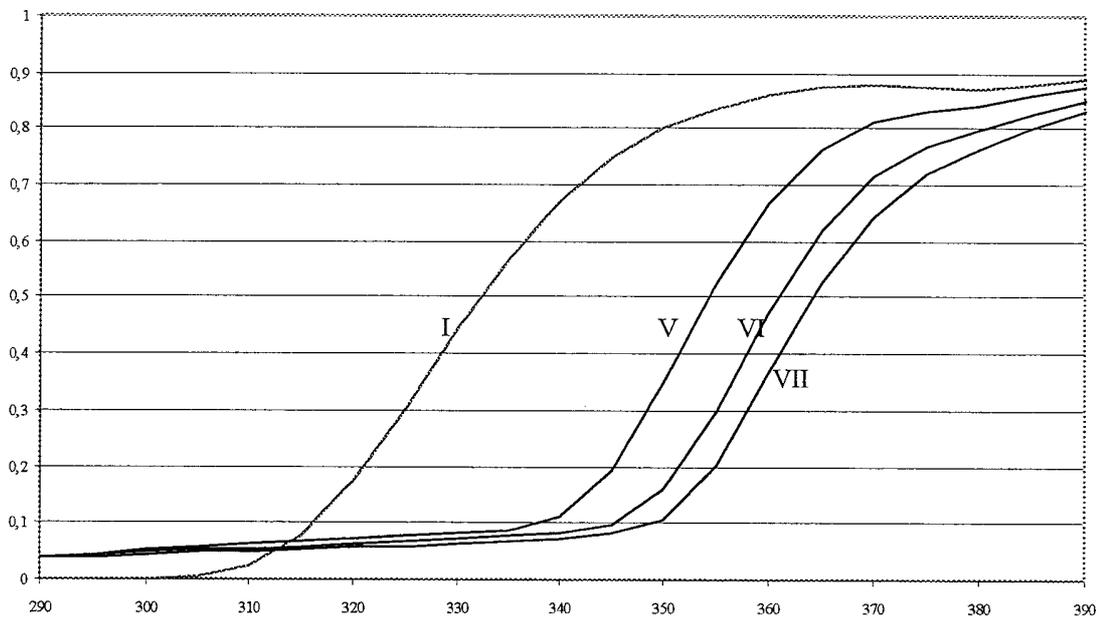


Fig. 7

ABRÉGÉ DESCRIPTIF

Vitrage anti-feu

La présente invention concerne les vitrages "anti-feu".

Les vitrages selon l'invention comprennent au moins une couche intumescence à base de silicate alcalin hydraté entre des feuilles de verre dont au moins une présente une composition telle qu'elle filtre les rayons ultraviolets auxquels le vitrage est exposé. La feuille filtrant les ultraviolets ne transmet pas plus de 20%, des rayons de longueurs d'onde égales et inférieures à 345nm.

Les vitrages obtenus résistent au vieillissement.



1. Le document EP 1 398 147 A1 divulgue un vitrage anti-feu qui comprend une couche d'oxyde de titane transparente réfléchissant et absorbant les rayons ultraviolets, cette couche étant en contact avec une couche intumescence a base de silicates aqueuses.

Le document GB 2 150 463 enseigne des oxydes outre l'oxyde de titane pour le but d'une protection contre les ultraviolets en envisageant de les situer à la face d'une feuille de verre opposite du matériau intumescent.

Selon le document US 5 434 006 on peut utiliser des feuilles de verre qui absorbent les rayons ultraviolets pour la protection d'une couche intumescence.

Le document EP 0 524 418 reporte à l'alinéa aux lignes 21 à 27 à la page 6 une telle observation.

L'abstrait du document japonais JP 03 040 944 enseigne une couche transparente absorbant les rayons ultraviolets comme couche protectrice pour la couche intumescence.

Le document EP 1 044 801 A2 mentionne à l'alinéa 23 qu'une couche en copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle peut servir à cet objet.

2. Il était connu du document EP 0 748 776 A2 que l'oxyde de cérium sert comme agent absorbant de radiations ultraviolets dans une composition de verre.



REQUEST FOR FEEDBACK

Examiner

Lindner, T
2124-22117

Date

8 décembre 2005



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BO 9067
BE 200500218

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	EP 1 398 147 A (SCHEUTEN GLASGROEP) 17 mars 2004 (2004-03-17) * page 2, colonne 2, ligne 7-55 * * page 3, colonne 4, ligne 20-53; figure 1 * * -----	1-3,10	B32B17/06 C03C27/12 C03C3/095 C03C4/08
X	GB 2 150 463 A (* GLAVERBEL) 3 juillet 1985 (1985-07-03) * page 1, ligne 32-77 * -----	1-3,10	
X	US 5 434 006 A (GOELFF ET AL) 18 juillet 1995 (1995-07-18) * colonne 6, ligne 30-41; exemples 1-3 * -----	1-3,10	
X	EP 1 044 801 A (PILKINGTON DEUTSCHLAND AG; FLACHGLAS AKTIENGESELLSCHAFT) 18 octobre 2000 (2000-10-18) * page 4, colonne 6, ligne 7-26; figure 2; exemple 1 * -----	1-3,10	
X	EP 0 524 418 A (GLAVERBEL S.A.; SCHOTT GLASWERKE; CARL-ZEISS-STIFTUNG; SCHOTT GLAS) 27 janvier 1993 (1993-01-27) * page 6, ligne 21-27 * -----	1,2,10	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC) B32B C03C
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 015, no. 177 (C-0829), 7 mai 1991 (1991-05-07) & JP 03 040944 A (FUJITA CORP), 21 février 1991 (1991-02-21) * abrégé; figure 1 * -----	1-3,10	
A	US 4 626 301 A (NOLTE ET AL) 2 décembre 1986 (1986-12-02) * colonne 3, ligne 32 - colonne 4, ligne 29; revendications; exemples 1,2 * ----- -/--	1	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
8 décembre 2005		Lindner, T	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

2
EPO FORM 1503 03.82 (P04C48)



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BO 9067
BE 200500218

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
A	EP 0 748 776 A (NIPPON SHEET GLASS CO., LTD) 18 décembre 1996 (1996-12-18) * page 2, ligne 37-44 * * page 5, ligne 31-33; revendications * -----	4-9	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
8 décembre 2005		Lindner, T	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

2

EPO FORM 1503 03 B2 (P04C48)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BO 9067
BE 200500218

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

08-12-2005

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 1398147	A	17-03-2004	AU 2003289847 A1 WO 2004024441 A1	30-04-2004 25-03-2004
GB 2150463	A	03-07-1985	AUCUN	
US 5434006	A	18-07-1995	AUCUN	
EP 1044801	A	18-10-2000	DE 19916506 C1 JP 2000344553 A	13-07-2000 12-12-2000
EP 0524418	A	27-01-1993	AT 153278 T AU 652641 B2 AU 1815292 A CN 1068068 A CZ 9201878 A3 DE 69219824 D1 DE 69219824 T2 DK 524418 T3 ES 2103324 T3 GR 3023971 T3 JP 3145490 B2 JP 8113993 A NO 922425 A PL 294956 A1 SK 187892 A3	15-06-1997 01-09-1994 24-12-1992 20-01-1993 13-01-1993 26-06-1997 22-01-1998 15-12-1997 16-09-1997 31-10-1997 12-03-2001 07-05-1996 22-12-1992 22-02-1993 10-11-1993
JP 03040944	A	21-02-1991	AUCUN	
US 4626301	A	02-12-1986	CA 1248824 A1 DE 3227057 C1 EP 0100001 A1 JP 1463462 C JP 59078989 A JP 63008063 B	17-01-1989 29-09-1983 08-02-1984 28-10-1988 08-05-1984 19-02-1988
EP 0748776	A	18-12-1996	DE 69627576 D1 DE 69627576 T2 JP 9059036 A US 6017837 A	28-05-2003 11-12-2003 04-03-1997 25-01-2000