(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3710138号
(P3710138)
(45)発行日　平成17年10月26日(2005.10.26)　(24)登録日　平成17年8月19日(2005.8.19)

(51)Int.Cl.[7]
C03C 27/06
B32B 9/00

F I
ＣＯ３Ｃ　27/06　１０１Ｆ
Ｂ３２Ｂ　9/00　Ａ

請求項の数 14　(全 6 頁)

(21)出願番号　特願平6-505723
(86)(22)出願日　平成5年8月5日(1993.8.5)
(65)公表番号　特表平7-500310
(43)公表日　平成7年1月12日(1995.1.12)
(86)国際出願番号　PCT/CH1993/000197
(87)国際公開番号　WO1994/004355
(87)国際公開日　平成6年3月3日(1994.3.3)
審査請求日　平成12年8月4日(2000.8.4)
(31)優先権主張番号　2508/92-1
(32)優先日　平成4年8月11日(1992.8.11)
(33)優先権主張国　スイス(CH)

(73)特許権者
ベートロテク・セイント―ゴバイン（インターナショナル）・アクチエンゲゼルシヤフト
スイス国、ツェーハー－３０１４、ベルン、スタウフファッヘルストラーセ、１２８
(74)代理人
弁理士　江崎　光史
(74)代理人
弁理士　三原　恒男
(74)代理人
弁理士　奥村　義道

最終頁に続く

(54)【発明の名称】透光性断熱部材

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
少なくとも１つの支持部材と含水アルカリ金属ケイ酸塩よりなる保護層とを有する透光性断熱部材において、上記保護層がアルカリ金属ケイ塩酸と少なくとも１種の硬化剤とから形成された、硬化されたポリケイ酸塩でありそしてこのポリケイ酸塩において二酸化ケイ素対アルカリ金属酸化物の、４：１より大なるモル比が存在しおよび硬化された保護層が、実質的に、アルカリ金属ケイ酸塩と硬化剤との含水混合物の本来存在する全ての水を更に包含し、その際水分の含量は４４重量％から最大５１．２重量％までであり、そして同時に保護層中の二酸化ケイ素の含量は３０重量％から５５重量％であることを特徴とする上記透光性断熱部材。
【請求項２】
アルカリ金属ケイ酸塩がケイ酸リチウム、ケイ酸ナトリウムまたはケイ酸カリウムまたはそれらの混合物であることを特徴とする請求の範囲１による断熱部材。
【請求項３】
アルカリ金属酸化物が酸化ナトリウム、酸化カリウムまたは酸化リチウムまたはそれらの混合物であることを特徴とする請求の範囲１または２による断熱部材。
【請求項４】
ポリケイ酸塩層が最大限１６重量％のアルカリ金属酸化物を含有することを特徴とする請求の範囲１～３のうちのいずれか一つによる断熱部材。
【請求項５】

ポリケイ酸塩層が水分の凝固点を低下させるための剤を含有することを特徴とする請求項１～４のうちのいずれか一つによる断熱部材。
【請求項６】
硬化剤が酸化ケイ素を含有する化合物である請求の範囲１～５のうちのいずれか一つによる断熱部材。
【請求項７】
硬化剤がケイ酸またはケイ酸を放出する化合物であることを特徴とする請求の範囲６による断熱部材。
【請求項８】
別の追加的な硬化剤を添加し、その追加的な硬化剤が無機－または有機酸、エステル、酸アミド、グリオキサール、炭酸アルキレン、炭酸アルカリ金属塩、炭酸水素アルカリ金属塩、ホウ酸塩、リン酸塩またはパラホルムアルデヒドから選択されることを特徴とする請求の範囲６による断熱部材。
【請求項９】
ポリケイ酸塩層が２枚のガラス板の間に配置されておりそしてこれらと複合部材を形成していることを特徴とする請求の範囲１～８のうちのいずれか一つによる断熱部材。
【請求項１０】
断熱部材がそれぞれ２枚のガラス板の間に配置された複数のポリケイ酸塩層よりなり、そして上記のガラス板およびポリケイ酸塩層が一つの複合部材を形成することを特徴とする請求の範囲１～９のうちのいずれか一つによる断熱部材。
【請求項１１】
含水アルカリ金属ケイ酸塩を使用する請求項１に記載の透光性の断熱部材の製造方法において、アルカリ金属ケイ酸塩を二酸化ケイ素を含有するかまたはそれを遊離する硬化剤と組合せて流動性の組成物を形成せしめ、この組成物を２枚の支持部材の間の成形中空空間内に注入するかまたは１枚の支持部材上に塗布し、次いでこの組成物を含水量を保持しながら固体のポリケイ酸塩層へと硬化せしめ、そしてその際、硬化されたポリケイ酸塩中において二酸化ケイ素対アルカリ金属酸化物のモル比を４：１よりも大なる比に調整することを特徴とする上記透光性断熱部材の製造方法。
【請求項１２】
組成物を加工の前に脱ガス工程にかけることを特徴とする請求の範囲１１による方法。
【請求項１３】
ポリケイ酸塩層と支持部材との間の接着力を高めるために、組成物に陰イオンまたは非イオン界面活性剤を添加し、そして／または支持部材の表面を上記の界面活性剤を用いて前処理することを特徴とする請求の範囲１１による方法。
【請求項１４】
支持部材の表面を有機官能性シランの形の接着促進剤を用いて前処理することを特徴とする請求の範囲１１による方法。
【発明の詳細な説明】
本発明は、少なくとも一つの支持部材と含水アルカリ金属ケイ酸塩よりなる保護層とを有する透光性断熱部材ならびにこの断熱部材の製造方法に関する。
この種の透光性断熱部材には、種々の実施態様が知られており、そしてとりわけ構成材として使用される。支持部材としては、概ねガラス板が使用されるが、その場合、例えば合成樹脂のような他の透光性の材料もまた使用される。その際、断熱に対する特に高い要求が窓ガラスの形で部屋の間仕切りを形成するか扉のために使用される構成材に対してなされている。刊行物ドイツ特許第1,900,054号から、２枚のガラス板の間に、乾燥された含水アルカリ金属ケイ酸塩よりなる層が配置されている断熱性透光性複合ガラスが知られている。この複合ガラスに熱が作用した場合には、例えば火災の際に、アルカリ金属ケイ酸塩よりなる中間層が発泡し、そしてこのアルカリ金属ケイ酸塩層中に含有された水が蒸発する。それによってこの中間層は、熱輻射に対して不透過性になり、そして一定の時間の間、望ましくない熱透過に対して有効な保護が形成される。ガラス板のうちの少なくとも

１枚が粉砕されているにも拘わらず、ガラスの破片は、膨張した発泡層に付着している。熱に対する保護を改善するために、複数のガラス板およびアルカリ金属ケイ酸塩よりなる中間層が引続いて配置される。そのような複合ガラスを製造する場合には、ガラス板の片面上に液体の形のアルカリ金属ケイ酸塩の薄い層が塗布され、次いで過剰の水を、例えば熱の作用によって除去することにより乾燥される。この乾燥工程は、費用がかかり、そして一定の乾燥時間が必要とされ、それによって製造過程が遅延する。更に、次いで第２のガラス板が中間の、すなわちアルカリ金属ケイ酸塩よりなる保護層の上に接着されなければならない。そのような複合ガラスの製造は、空気の泡またはその他の製造ミスによる複合ガラスの濁りが生じないように、製造条件に対する要求が確保されるべきである。

更に、ヨーロッパ特許出願公開第192,249号から、中間層のアルカリ金属ケイ酸塩を比較的高い含水量を有するヒドロゲル層の形で入れることが知られている。このヒドロゲル層は、80ないし90％の含水量を示し、そして従って自己支持性ではない。そのようなヒドロゲル層は、中間層の光学的性質を改善するために提案されている。そして強度を挙げている。それにもかかわらずこの種のヒドロゲル層自体は、十分に凝集性ではなく、そして境を接しているガラス層に対して十分な接着力を有しないので、この層を強化するために有機結合材、例えばアラビアゴムを混合することが提案される。この結合材の混合は、ヒドロゲルが、複合ガラスの間の中間の空間から、またはガラス板の１枚が割れた場合に流出することを防ぐために必要とされる。ヒドロゲル層の不十分な凝集力および接着力の欠点は、費用のかかる追加的な手段を必要とすることである。二酸化ケイ素の含量は、最高20重量％に達し、そして二酸化ケイ素とアルカリ金属酸化物としての酸化ナトリウムとのモル比は、２ないし最高４の間で変動する。

これらの公知の透光性の断熱部材は、断熱および火災保護に関してはすでに高い要求事項を満足させることができるが、それらは、水を含有するアルカリ金属ケイ酸塩よりなる中間層の加工および適用に関してはなお不十分である。従って、本発明の解決すべき課題は、高い透明度および耐老化性を有し、その際保護層ないし中間層が注加によりそして乾燥することもなく製造されることができ、しかも保護層がすぐれた性質を有しそして境界を接する支持部材に対する高い付着力を有する透光性の断熱部材を開発することである。保護層のための出発物質は、流動性であり、そして中空の空間に注入するのに適しており、そして次いで適当な時間内に保護層にまで硬化されるべきである。

上記の課題は、本発明によれば、保護層がアルカリ金属ケイ酸塩と少なくとも１種の硬化剤とから形成された、硬化されたポリケイ酸塩であること、およびこのポリケイ酸塩中に二酸化ケイ素対アルカリ金属酸化物の、４：１より大なるモル比が存在することおよび硬化された保護層が、実質的に、アルカリ金属ケイ酸塩と硬化剤との含水混合物の本来存在する全ての水を更に包合し、その際水分の含量は44から最大限60重量％であり、そして同時に保護層中の二酸化ケイ素の含量は30から55重量％であるとによって解決される。アルカリ金属ケイ酸塩としては、好ましくは、ケイ酸リチウム、ケイ酸ナトリウムまたはケイ酸カリウムまたはそれらの混合物が使用され、そしてアルカリ金属酸化物としては、酸化ナトリウム、酸化カリウムまたは酸化リチウムまたはそれらの混合物が使用される。

硬化剤としては、好ましくは、アルカリ金属ケイ酸と反応しうる、酸化ケイ素を含有するケイ素化合物が重要であり、その際ケイ酸または水溶液中でケイ酸を遊離させる化合物が好ましく使用される。他のSiを含有しない化合物を硬化剤ないしは追加的硬化剤として使用することは、それによって除外されない。アルカリ金属ケイ酸塩との反応によって不溶性の沈殿物を形成しそしてそれによって光学的性質に悪影響を及ぼすことのないすべての化合物が好適である。無機および有機の酸、エステル、酸アミド、グリオキサール、炭酸アルキレン、アルカリ金属炭酸塩およびアルカリ金属炭酸水素塩、ホウ酸塩、リン酸塩、およびパラホルムアルデヒドのような化合物が好ましい。これらは、ケイ酸よりなる主硬化剤と組合せて、少量にて、通常５％以下の量で、それによってポリケイ酸塩層の透明度に悪影響を与えることなく使用されうる。

これらの本発明による、硬化されたポリケイ酸塩よりなる保護層は、すぐれた自己安定性を示し、そしてガラス板またはその他の透光性の構成材の形の隣接する支持部材へのすぐ

れた付着力を形成する。出発組成物は、流動性であり、容易に注ぐことができる。硬化された保護層は、比較的高い光学的品質および透過性を有し、そしてすぐれた耐老化性を示す。硬化されたポリケイ酸塩の形態の保護層の特別な性質は、ポリケイ酸塩層が３０ないし５５重量％の二酸化ケイ素含量を有することによって達成される。酸化ナトリウム、-カリウムまたは-リチウムまたはそれらの混合物の形のアルカリ金属酸化物（M_2O）の含量は、最大限１６重量％である。硬化されたポリケイ酸塩層は、４４～６０重量％までの水を含有する。それによって、本発明の保護層を有する断熱部材は大変に高い耐火性を達成する。何故ならば、蒸発過程に比較的多量の水が利用されうるからである。二酸化ケイ素の高い含量は、硬化剤がケイ素含有化合物、有利にはケイ酸またはケイ酸を放出する化合物であることによって達成される。透光性断熱部材の場合には、２枚のガラス板の間にポリケイ酸塩層が配置されそしてこれらによって複合部材が形成されていることが有利である。より高い耐熱性値を達成するために、断熱部材がそれぞれ２枚のガラス板の間に配置された複数のポリケイ酸塩層よりなりそして上記のガラス板とこのポリケイ酸塩層とが１つの複合部材を形成している断熱部材が作られる。これらの本発明による配置においては、ポリケイ酸塩層は、支持部材を形成している隣接するガラス板と直接に結合されている。ポリケイ酸塩層とガラス板との付着力は、追加的な接着工程なしに複合部材の直接的形成を可能にするので、それによって製造工程が実質的に簡単化される。

本発明によれば、含水アルカリ金属ケイ酸塩を使用する透光性断熱部材の製造方法は、上記アルカリ金属ケイ酸塩を二酸化ケイ素を含有するかまたはそれを遊離する硬化剤と組合せて流動性の組成物を形成せしめ、この組成物を成形用中空空間内に入れるかまたは支持部材上に適用し、次いでこの組成物を含水量を保持しながら固体のポリケイ酸塩層へと硬化せしめそしてその際硬化されたポリケイ酸塩中の二酸化ケイ素対アルカリ金属酸化物のモル比を４：１より大なる比に調整することを特徴とする。

従って、本発明による方法は、互いに一定の間隔をもって配置された支持部材よりなる複合部材を組立てそして次いで上記支持部材の間の間隙にアルカリ金属ケイ酸塩および１種またはそれ以上の硬化剤よりなる流動性の組成物を注入することを可能にする。高い含水量のゆえに、この組成物は、流動性が極めてすぐれており、そして困難なくガラス板の間に僅かな間隔を有する複合ガラスの間隙内にも流入されうる。この組成物は、乾燥させることなく、すなわち水を放出することなく、固体のポリケイ酸塩層へと硬化するので、乾燥工程を省略することができ、このことは対応する断熱部材の製造を実質的に簡単化する。反応時間および／または硬化時間は、公知の方法で加熱することにより促進されうる。

流動性組成物のポットライフは、室温においてすべての場合に、通常の製造過程を可能にするのに十分である。断熱部材の製造にあたり、上記の組成物は、２枚の支持部材の間の成形用中空空間内に適用ないし注入されうる。しかしながら、組成物を１枚の支持部材上に塗布しそして次に第２の支持部材をなお未硬化の保護層上に置くかまたは第２の支持部材を保護層の硬化後にこれに公知の方法で接着せしめることも可能である。しかしながら、後者の方法は、公知の断熱部材を製造するための通常の装置において、本発明による保護層を有する透光性断熱部材を製造すべき場合にのみ合目的的になるであろう。乾燥工程は、必要とされず、そしてポリケイ酸塩層のための組成物の硬化は、水の放出なしに、すなわち含水量が維持された場合に行われるので、上記の利点の一部は、なお依然として得られる。

好ましくは、アルカリ金属珪酸塩および硬化剤よりなる組成物は、加工前に脱ガスされる。それによって、硬化されたポリケイ酸塩層中には、本発明による断熱部材の光学品質を損うことがあるガスの封入物が存在しないことが保証される。しかしながら、脱ガスは、また中空空間の充填後に初めて行ってもよい。支持部材へのポリケイ酸塩層の接着力を向上させるために、加工前に組成物に陰イオンまたは非イオン界面活性剤の形の助剤を添加してもよく、そして／または支持層をそのような剤で前処理してもよい。支持層は、好ましい方法で、接着助剤で、好ましくは有機官能性シランで前処理されうる。

本発明による透光性断熱部材のための支持部材としては、ガラス、特にガラス板よりなる部材のみならず、また所望の光学的性質を有するその他の材料もまた、それらが、例えば

耐熱性に対する技術的ならびに物理的要求を満足せしめる限り、好適である。いずれにしても、断熱層の抵抗値は、高められた含水量によって改善される。支持体材料として、全部または一部、熱的または化学的にプレストレス処理されたガラスが使用されうる。
以下の例は、本発明を例示するものである。

例１

１個の断熱部材は、それぞれ２枚のガラス円板の間に１ミリメートルの間隙が生ずるように４枚のガラス円板から組立てられているガラス張りよりなる。ガラス円板の縁に沿って、ガラス円板の間の中空空間の狭い縁部が公知の方法で適当なシーリング材料によってシーリングされている。それぞれ２枚のガラス円板の間のそれぞれの中空空間に１個の充填用開口が空けられている。ケイ酸カリウムの形のアルカリ金属ケイ酸塩およびコロイド状ケイ酸より流動性の組成物が調合され、このものは4.7：1に等しいSiO_2対K_2Oのモル比を有するポリケイ酸塩へと硬化する。この流体状組成物は、公知の方法で脱ガス工程にかけられ、そして次に上記の充填用開口を通してそれぞれ２枚のガラス円板の間の中間空間内に充填される。組成物は、その際、極めて流動性に富んでいるので、それは困難なしに充填され、そしてその際中空空間内に含有された空気を混合を行うことなく排除しうる。中空空間を完全に充填した後に、充填用開口もまたシーリングされる。この方法で形成された、４枚のガラス円板と３枚の中間に存在するポリケイ酸塩よりなる保護層とから形成された複合部材は、反応過程が終了し、そして３枚の保護層の硬化されたポリケイ酸塩が所望の性質およびガラス板への接着が達成されるまで適当な位置に置かれる。反応を促進するために、温度を60℃に上昇せしめる。ポリケイ酸塩が完全に硬化した後に、この方法で形成された複合部材は、複合ガラス部材のために知られたいずれかの方法で操作されそしてまた他の形状に切断されうる。ガラス板の間に配置された硬化されたポリケイ酸塩よりなる保護層は、その際47重量％の含水量を有する。ガラス円板の間に配置された硬化ポリケイ酸塩層は、ガラス板複合体の光学的性質をいささかも損なうことなく、そしてこの方法で製造された断熱部材は、最適の耐火性によって卓越している。

例２

例１による一つの変法においては、ケイ酸カリウムおよびケイ酸リチウムの8.5：1.5の比の混合物と30％のケイ酸水中分散物とをSiO_2対(K_2O+Li_2O)のモル比が5.0：1であるK-Li-ポリケイ酸塩が得られるような量比で反応せしめられた注入組成物が使用された。この組成物を注入する前に、ポリオールの形の凝固点降下剤を組成物に15％添加した。硬化されたポリケイ酸塩の含水量は、51.2重量％である。耐火性は、例１の部材構造物のそれと実際上同一である。

例３

例１および２の別の実施態様においては、カリウムイオンの35モル％をナトリウムに換え、そして硬化剤として21％の含水量を有する水和沈降ケイ酸塩が使用される。硬化ポリケイ酸塩の含水量は、約44重量％である。この場合SiO_2対$(K_2O+Li_2O+Na_2O)$のモル比は、同様に5.0：1である。

フロントページの続き

(72)発明者　エグリ・ウアルター
スイス国、ツェーハー－４１５３　ライナッハ、シユトックアッケルストラーセ、１１９
(72)発明者　ザイデル・ホルスト
スイス国、ツェーハー－６３１８　ヴアルヒヴイル、フオルヒヴアルトストラーセ、２４
(72)発明者　フロムメルト・ジモン
ドイツ連邦共和国、デー－５６５７　ハーン、イッタタールストラーセ、３９
(72)発明者　ギースブレヒト・クリストッフ
スイス国、ツェーハー－３０４４　ムーリ、クライゲンヴエーク、３４

審査官　大橋　賢一

(56)参考文献　特開平０５－１８６２４９（ＪＰ，Ａ）
特開平０２－０８６８３７（ＪＰ，Ａ）
特開平０１－２４９１３２（ＪＰ，Ａ）
特開昭５７－０２８１０６（ＪＰ，Ａ）
特開昭５５－００３４００（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.^{7}，ＤＢ名)
C03C 27/06 - 29/00,15/00 - 23/00
B23B 1/00 - 35/00