

ROYAUME DE BELGIQUE

SPF ECONOMIE, P.M.E.,
CLASSES MOYENNES & ENERGIE

Office de la Propriété intellectuelle

NUMERO DE PUBLICATION : 1019472A3

NUMERO DE DEPOT : 2010/0528

Classif. Internat. : B32B C09K E06B

Date de délivrance le : 03 Juillet 2012

Le Ministre pour l'entreprise,

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 03 Septembre 2010 à 17H10 à l'Office de la Propriété Intellectuelle

ARRETE:Article unique.-Il est délivré à : AGC GLASS EUROPE
Chaussée de la Hulpe 166, B-1170 BRUXELLES(BELGIQUE)

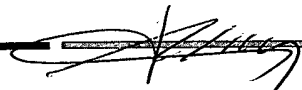
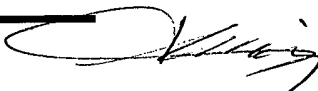
représenté(e)(s) par : BOUVY Jacques, AGC GLASS EUROPE - R&D CENTRE, Rue de l'Aurore 2 - B 6040 Jumet.

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

INVENTEUR(S) : Herremans Guillaume, AGC Europe-Centre R&D, Rue de l'Aurore 2, B-6040 Jumet (BE); Lescot Thomas, AGC Glass Europe 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 03 Juillet 2012
PAR DELEGATION SPECIALE :
DRISQUE S.
Conseiller
S. DRISQUE
Conseiller

Vitrage anti-feu

La présente invention concerne les vitrages résistant au feu et comprenant une ou plusieurs couches de silicates alcalins hydratés entre des feuilles de verre. Ces couches de silicates sont telles qu'exposées à l'épreuve du feu, elles forment une mousse qui fait écran au rayonnement et maintient
5 les feuilles de verre même après que celles-ci soient brisées sous l'effet du choc thermique.

Les vitrages résistant au feu de ce type sont bien connus, de même que les performances que l'on en attend. Parmi celles-ci, les plus importantes sont bien entendu la capacité de résister le plus longtemps
10 possible à l'épreuve du feu. La qualité "anti-feu" comporte l'étanchéité aux flammes, mais aussi la capacité de faire écran au rayonnement susceptible de provoquer l'extension du feu.

Les performances dans ce domaine sont sensibles à la structure feuilletée mise en œuvre mais aussi à la composition des couches de silicates
15 utilisées. Ainsi la multiplicité des feuilles de verre comme celle des couches est un facteur bien connu qui permet d'accroître les performances. Le caractère "réfractaire" du vitrage, et sa qualité de résistance au feu, sont aussi fonction de l'accroissement du rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$, dans lequel M est un ou un mélange de métaux alcalins. La teneur en eau, dans certaines limites, est aussi
20 un facteur qui permet d'accroître la résistance au feu.

Les vitrages résistant au feu doivent aussi présenter des qualités optiques. Leur utilisation la plus fréquente requiert notamment qu'ils soient transparents. Pour cette propriété, non seulement les vitrages doivent offrir une bonne transmission lumineuse, mais en plus ils ne doivent pas présenter de
25 défauts. Ces derniers, compte tenu des techniques de fabrication sont par exemple la présence de bulles dans le silicate, ou encore la formation d'un voile plus ou moins prononcé qui conduit à une diffusion d'une part plus ou moins importante de la lumière transmise. Ces défauts apparaissent soit dès la

constitution du vitrage, soit plus encore à l'épreuve du temps, et leur formation peut être accélérée par l'exposition du vitrage à certaines conditions (température élevée ; irradiation aux UV).

Les qualités exigées de ces vitrages comprennent encore des caractéristiques d'ordre mécanique. Selon leur utilisation on demande par exemple que ces vitrages puissent résister à des chocs normalisés simulant l'impact d'une personne. Ces particularités sont de nouveau liées aux structures feuilletées choisies, à l'utilisation éventuelle de feuilles intercalaires connues pour améliorer la résistance mécanique des vitrages, comme la présence de feuilles de PVB, mais aussi aux compositions des silicates alcalins utilisés. Les vitrages résistant au feu sont encore susceptibles de voir leur structure elle-même affectée par défaut de stabilité suffisante des assemblages constitués.

Des techniques de production très rigoureuses permettent de prévenir la formation de ces défauts, ou au moins de les limiter de telle sorte qu'ils ne soient pas rédhibitoires. Ces techniques concernent notamment les processus suivis lors de la préparation des couches de silicates alcalins que celles-ci soient le résultat d'opérations de séchage, de déshydratation ou toute autre technique conduisant aux compositions recherchées, notamment la formation de ces silicates par réaction de silice colloïdale et d'hydroxyde alcalin. Mais elles concernent aussi les constituants de ces compositions et leur combinaison.

A titre indicatif la qualité du vieillissement des couches peut dépendre de la concentration en eau et/ou en composés hydroxylés (éthylène glycol, glycérine...). L'incidence de l'un ou l'autre des constituants des compositions considérées sur les propriétés des couches est indissociables de l'ensemble de ces constituants. Les compromis sont donc multiples qui conduisent au choix de ces constituants. Nous avons indiqué précédemment quelques considérations relatives à la teneur en eau. Il en est d'autres au moins aussi importantes.

Une considération particulière s'attache aux conditions de préparation. Traditionnellement les compositions sont préparées à partir de solutions de silicates industrielles. La stabilité des ces solutions limite la teneur en matière sèche qu'elles renferment et ceci d'autant plus que le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ est plus élevé. Par ailleurs l'économie de production conduit, dans la mesure du possible, à limiter les opérations de séchage. La composition de la couche finale résulte notamment de compromis. Pour l'utilisation de compositions de rapport molaire élevé la solution de départ doit contenir peu de matière sèche. Mais des solutions à rapport molaire élevé imposent un séchage plus important pour atteindre les teneurs finales qui sont celles de la couche intumescence.

Ce qui est indiqué à propos de l'eau doit être corrigé pour tenir compte de la présence éventuelle de composés hydroxylés qui figurent aussi traditionnellement dans ces compositions, notamment l'éthylène-glycol ou la glycérine. Ces constituants hydroxylés se substituent en partie à l'eau dans la composition des couches intumescences et confèrent aussi une certaine plasticité aux couches qui les contiennent. Ils favorisent aussi la résistance au gel des vitrages.

Si le caractère réfractaire de la composition est favorable à la résistance au feu, ce caractère a pour contrepartie de rendre les compositions moins plastiques, et les résistances aux chocs en sont amoindries. La plasticité qui permet d'améliorer la résistance au choc doit cependant être bien maîtrisée. L'accroissement de la teneur en eau et composés hydroxylés qui accroît cette plasticité, peut conduire à une certaine instabilité structurelle si cette teneur est trop importante. Les produits intumescents, surtout s'ils sont en couches relativement épaisses et dans des vitrages de grandes dimensions, peuvent avoir tendance à fluer sous leur propre poids, conduisant à une déformation des vitrages et à une répartition inappropriée du produit intumescent.

Les inventeurs ont recherché une manière de concilier les différentes propriétés de ces produits, à savoir simultanément qu'ils soient

aussi efficaces que possible en ce qui concerne leur résistance au feu, qu'ils offrent une bonne résistance mécanique au choc, qu'ils vieillissent sans altération gênante, et dont la préparation s'organise à partir de produits abondant et peu coûteux, sans nécessiter d'opération trop délicate.

5 Dans l'art antérieur, le choix de la nature des silicates a été laissé au technicien. Les différentes sources et la nature même du ou des silicates ont été apparemment dictés principalement par des aspects pratiques ou économiques. Les inventeurs ont montré que les caractéristiques des silicates concernés, étaient loin d'être équivalentes dans la détermination des propriétés
10 des couches.

Les inventeurs ont eu pour objet de procéder à la détermination des multiples conditions et de leurs interactions pour l'obtention des produits intumescents.

L'invention concerne les vitrages anti-feu qui en particulier
15 lorsqu'ils renferment des couches intumescents relativement épaisses ne conduisent pas à une déformation du fait d'un fluage sous l'effet de leur propre poids. Selon les compositions il est apparu que des produits par ailleurs répondant aux exigences exposées précédemment pouvaient se révéler inacceptables du seul fait qu'étant stockés en position verticale pendant de
20 longues périodes, on constatait l'apparition d'une déformation consistant en un accroissement de l'épaisseur dans la partie inférieure du vitrage, et un amincissement corrélatif en haut de celui-ci. Ces déformations apparaissent essentiellement dans les couches intumescents relativement épaisses. Pour les produits les plus usuels les couches intumescents ont une épaisseur de l'ordre
25 du millimètre. A cette épaisseur les phénomènes de fluage évoqués ne sont pratiquement pas perceptibles. Il en va autrement lorsque ces couches dépassent 2mm, surtout lorsque les hauteurs sont plus importantes.

Les inventeurs ont établi que la viscosité des produits doit être suffisante pour garantir le maintien de la couche sans déformation gênante
30 même dans des vitrages de grandes dimensions (plusieurs mètres). Avantageusement la viscosité des couches intumescents selon l'invention est

au moins égale à $0,8 \cdot 10^9$ Pa.s, et de façon préférée au moins égale à $1 \cdot 10^9$ Pa.s.

La mesure de la viscosité est celle faite selon la norme ASTM C 1351M-96 dans les conditions d'application suivantes :

- 5 - une charge de 20N
- température de mesure 25°C
- dimension de l'échantillon de matériau intumescent 12mm
- hauteur de l'échantillon de 8,5 à 9,5mm.

10 Le matériau intumescent est pris entre deux feuilles de verre de 3mm d'épaisseur chacune.

Les couches selon l'invention ont par ailleurs une épaisseur d'au moins 2,5mm et de préférence d'au moins 3mm, un rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ de 2,5 à 6, et ont une teneur en eau et composés hydroxylés de type glycérine ou éthylène glycol représentant de 25 à 45% du poids de la couche.

15 Les compositions qui présentent ces viscosités peuvent être disposées en couches relativement épaisses sans conduire à une déformation du vitrage par fluage.

Dans les choix effectués des composants des couches intumescents, l'incidence de la nature des alcalins utilisés sur des propriétés a
20 été mise en évidence par les inventeurs. Ainsi il est apparu toutes choses égales par ailleurs que les silicates de sodium offraient les meilleurs résultats dans la constitution des couches épaisses présentant une bonne tenue au fluage.

Parmi les autres alcalins présents, le potassium est préféré. Il confère aux couches un caractère réfractaire particulièrement favorable. Le
25 lithium peut aussi être présent. Mais ses caractéristiques conduisent de préférence à limiter sa teneur. Il ne représente de préférence pas plus de 10% atomique de l'ensemble des alcalins.

Selon ces constatations, les inventeurs proposent pour les vitrages selon l'invention qu'ils comportent des couches intumescents d'une
30 épaisseur d'au moins 2,5mm et de préférence d'au moins 3mm, toujours avec une teneur en eau et composés hydroxylés de type glycérine ou éthylène

5 - $\text{Na}_2\text{O}/\text{M}_2\text{O}$ de 67 à 100% et $\text{W}+\text{H}$ de 40 à 45 % $R_M > 3,5$
ou $\text{W}+\text{H}$ de 35 à 40 % $R_M > 2,75$
ou $\text{W}+\text{H}$ de 25 à 35 % $R_M > 2,25$
- $\text{Na}_2\text{O}/\text{M}_2\text{O}$ de 34 à 66% et $\text{W}+\text{H}$ de 40 à 45 % $R_M > 4,25$
ou $\text{W}+\text{H}$ de 35 à 40 % $R_M > 4,0$
0 ou $\text{W}+\text{H}$ de 30 à 35 % $R_M > 3,75$
ou $\text{W}+\text{H}$ de 25 à 30 % $R_M > 3,5$
- $\text{Na}_2\text{O}/\text{M}_2\text{O}$ de 0 à 33% et $\text{W}+\text{H}$ de 40 à 45 % $R_M > 4,75$
ou $\text{W}+\text{H}$ de 35 à 40 % $R_M > 4,5$
ou $\text{W}+\text{H}$ de 30 à 35 % $R_M > 4,25$
5 ou $\text{W}+\text{H}$ de 25 à 30 % $R_M > 4,0$.

Les épaisseurs des couches susceptibles d'être utilisées, peuvent atteindre ou dépasser 8mm. Le plus fréquemment cependant les couches en question ne dépassent pas 6mm, et le plus souvent pas 4mm. Dans tous les cas, pour que la viscosité présente un intérêt significatif, les couches intumescents doivent avoir une épaisseur d'au moins 2,5mm.

Les couches sont d'autant plus sensibles au fluage qu'elles sont plus épaisses. Par suite la viscosité est avantageusement d'autant plus élevée que l'épaisseur est plus grande. Ceci se traduit aussi dans le choix des compositions les plus appropriées. Pour les couches très épaisses, il est par exemple préféré d'utiliser une composition dans laquelle la teneur en sodium est très élevée, ou encore une composition renfermant moins d'eau et de composés hydroxylés.

Pour répondre aux conditions satisfaisantes, le rapport molaire silicium/alcalin est compris entre 2,5 et 6 et de préférence de 3 à 6 et de façon
30 particulièrement préférée de 3,5 à 5. La teneur en eau dans la couche

intumescence est comprise entre 25 et 45% en poids de la couche, et de préférence entre 30 et 40% en poids.

Si la teneur en eau est de 25 à 45% en poids de la couche, comme indiqué précédemment des produits de faible masse moléculaire
5 comportant des groupes fonctionnels hydroxyles peuvent se substituer au moins en partie à l'eau. De manière avantageuse l'on introduit de 2 à 15% en poids de glycérine ou d'éthylène-glycol, et de préférence de 4 à 10% en poids.

Dans la préparation des compositions utilisées pour former ces
10 couches intumescences il est avantageux de procéder au moins en partie en formant le silicate alcalin par réaction d'hydroxyde alcalin et de silice colloïdale. Cette préparation comme il ressort de l'art antérieur permet de combiner un rapport molaire élevé et une étape de séchage relativement brève. Bien que les solutions de silicate à fort rapport molaire nécessitent en
15 principe une forte teneur en eau pour éviter une prise en masse spontanée d'autant plus rapide que le rapport est plus élevé, la composition en question n'a pas besoin d'être conservée sur de longues périodes, et sa stabilité est suffisante et peut encore être améliorée si la composition est réfrigérée.

La préparation peut combiner l'utilisation de solutions de
20 silicates alcalins disponibles dans le commerce et de produits de la réaction décrite ci-dessus. Ces combinaisons proprement dosées permettent le cas échéant de combiner les avantages indiqués d'une préparation à partir de silice colloïdale et d'hydroxyde alcalin, et ceux liés au faible coût des solutions de silicates du commerce.

25 De manière avantageuse dans la préparation des compositions au moins 20% de la silice présente provient de silice colloïdale. Cette proportion est de préférence supérieure à 30% et de façon particulièrement préférée plus de 40%.

La composition des couches peut encore renfermer divers
30 additifs en proportions limitées. Ces additifs sont destinés notamment à améliorer la stabilité dans le temps des couches ou leurs propriétés

mécaniques, ou encore l'interface avec les feuilles de verre. Les additifs lorsqu'ils sont présents ne constituent pas avantageusement plus de 6% du poids de la couche.

Parmi les additifs utilisés figurent notamment des produits aminés tels que le tétraméthyl ammonium hydroxyde (TMAH), lequel lorsqu'il est présent ne représente pas plus de 2% en poids de la couche.

D'autres additifs sont constitués par des composés organosiliciques, notamment le tétraéthyl-orthosilicate (TEOS) ou le méthyl-triéthoxysilane (MTEOS). Ces produits favorisent la plasticité des couches.

Les vitrages anti-feu comportant les couches intumescentes décrites précédemment sont constitués soit en coulant la composition dans un espace délimité entre deux feuilles de verre, un joint assurant l'étanchéité à la périphérie des vitrages, soit en appliquant la composition sur une feuille horizontale et en séchant partiellement cette couche.

Dans le premier mode la composition initiale est préparée de telle sorte qu'elle conduise spontanément à une prise en masse plus ou moins rapide. Cette prise en masse est éventuellement accélérée par un chauffage modéré de la composition. Un avantage de ce mode de préparation est de ne pas être tributaire d'une opération de séchage plus ou moins longue. L'épaisseur des couches intumescentes n'est pas limitée par le temps de séchage qui s'accroît d'autant plus que les couches sont plus épaisses. C'est à propos de ces couches très épaisses que l'absence de fluage est particulièrement importante.

Pour constituer des couches intumescentes relativement épaisses à partir des techniques de séchage, il est préférable d'accoler deux feuilles portant chacune une couche préalablement constituée. L'épaisseur totale est ainsi divisée et le temps total de séchage est sensiblement réduit par rapport à celui qui serait nécessaire au séchage d'une seule couche de l'épaisseur totale.

Dans la technique de préparation comprenant le séchage à partir d'une solution stable, il est préférable de faire en sorte que ce séchage soit aussi limité que possible, le coût de l'opération étant lié au temps nécessaire.

Pour cette raison la composition, préalablement à son application sur la feuille de verre, est amenée à une teneur aussi faible en eau que le permet la stabilité de cette composition. Dans cette préparation comme indiqué précédemment l'usage au moins partiel de silice colloïdale est particulièrement recommandé.

- 5 Quel que soit le mode de préparation, la stabilité de ces compositions qui doivent être séchées est fonction de la teneur en eau et composés hydroxylés. Cette stabilité est assurée lorsque cette teneur est sensiblement au moins égale à 50% en poids de la composition.

- Que la composition soit séchée ou qu'elle soit telle qu'elle
 10 prenne en masse spontanément, la teneur en eau initiale est avantageusement ajustée par une opération de déshydratation réalisée immédiatement avant l'utilisation de la solution. Une telle déshydratation s'effectue sur une solution conduite sur couche peu épaisse sous vide éventuellement à température modérée. Les modalités du séchage sont décrites de manière détaillée dans la
 15 demande publiée WO 2010/055166.

L'invention est décrite de façon détaillée dans les exemples suivants de compositions et d'épaisseur des couches.

- Dans le tableau suivant la nature de la composition du silicate est donnée par le pourcentage atomique de sodium dans des silicates mixtes
 20 de sodium et potassium. le tableau compote également le rapport molaire R_M , la teneur pondérale en eau dans la couche, celle de glycérine (G) et celle de TMAH. Enfin le tableau indique l'épaisseur en mm de la couche constituée.

N°	Na%	R_M	H ₂ O	G	TMAH	épaisseur
1	100	4,3	36	5	1	3,6
2	100	4,3	33	5	1	3,7
3	50	4,3	30	6	0	3,3
4	50	4,6	41	5	1	3,9
5	50	5,2	34	5	1	4,0
6	0	5,2	32	6	1	4,0
7	0	5,2	30	5	1	4,2

8	100	4,6	39	5	1	3,2
9	100	5,7	40	5	0,5	3
N°	Na%	R _M	H ₂ O	G	TMAH	épaisseur
10	100	2,25	28	4	1	2,9
11	100	5,5	30	5	0,5	3,1
12	50	4,75	37,5	5	0	3,2
13	50	5,4	29	3	0	3,3
14	0	5,8	38	4	0,5	3,1
15	0	5,2	29	4	0	3,0

Les couches constituées passent avec succès l'épreuve du fluage, à l'exception de l'exemple 4 ne répondant pas aux caractéristiques de l'invention. Dans cet exemple la tendance au fluage résulte d'une combinaison trop riche en constituant eau et glycérine que ne compense pas suffisamment la teneur en silicate de sodium. Cet exemple est à comparer à les exemples 8 ou 9 qui pour une teneur proche en eau et glycérine, mais avec un silicate exclusivement de sodium offrent une bonne stabilité au fluage.

Les viscosités mesurées dans les conditions indiquées précédemment se situent entre $1 \cdot 10^9$ et $1 \cdot 10^{10}$ Pa.s, sauf pour l'exemple 4 pour lequel la viscosité s'établit à environ $0,6 \cdot 10^9$ Pa.s.

REVENDICATIONS

1. Vitrage résistant au feu comprenant au moins une couche
 5 intumescence de silicate alcalin hydraté dont l'épaisseur n'est pas inférieure à
 2,5mm, qui comporte de l'eau et éventuellement des composés hydroxylés qui
 se substituent en partie à celle-ci, composés qui sont soit la glycérine soit
 l'éthylène glycol, ceux-ci avec l'eau étant présents à raison de 25 à 45% en
 poids de la couche, et avec un rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ de 2,5 à 6 la couche
 10 intumescence présentant une viscosité qui n'est pas inférieure à $0,8 \cdot 10^9$ Pa.s,
 et de préférence pas inférieure à $1 \cdot 10^9$ Pa.s mesurée selon la norme ASTM
 C1351M-96.

2. Vitrage résistant au feu comprenant au moins une couche
 intumescence de silicate alcalin hydraté dont l'épaisseur n'est pas inférieure à
 15 2mm, qui comporte de l'eau et éventuellement des composés hydroxylés (H)
 qui se substituent en partie à celle-ci, composés qui sont soit la glycérine soit
 l'éthylène glycol, le silicate alcalin étant un constitué de silicate mixte de
 sodium et de potassium, l'une des combinaisons de conditions suivantes entre
 le rapport molaire $\text{Na}_2\text{O}/\text{M}_2\text{O}$, la teneur pondérale en eau et composés
 20 hydroxylés (W+H), et le rapport molaire $R_M \text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ (M étant la somme des
 Na et K) étant respectée :

- $\text{Na}_2\text{O}/\text{M}_2\text{O}$ de 67 à 100% et W+H de 40 à 45 % $R_M > 3,5$
 ou W+H de 35 à 40 % $R_M > 2,75$
 ou W+H de 25 à 35 % $R_M > 2,25$
- 25 - $\text{Na}_2\text{O}/\text{M}_2\text{O}$ de 34 à 66% et W+H de 40 à 45 % $R_M > 4,25$
 ou W+H de 35 à 40 % $R_M > 4,0$
 ou W+H de 30 à 35 % $R_M > 3,75$
 ou W+H de 25 à 30 % $R_M > 3,5$
- $\text{Na}_2\text{O}/\text{M}_2\text{O}$ de 0 à 33% et W+H de 40 à 45 % $R_M > 4,75$
 30 ou W+H de 35 à 40 % $R_M > 4,5$
 ou W+H de 30 à 35 % $R_M > 4,25$

ou $W+H$ de 25 à 30 % $R_M > 4,0$

3. Vitrage selon l'une des revendications précédentes dans lequel la couche intumescence présente une épaisseur au moins égale à 3mm.

4. Vitrage selon l'une des revendications précédentes dans lequel la teneur en glycérine ou éthylène glycol de la couche intumescence est comprise entre 2 et 15% en poids.

5. Vitrage selon l'une des revendications précédentes dans lequel la silice présente dans la couche intumescence provient pour au moins 20% de silice colloïdale utilisée lors de la préparation de la composition conduisant à la couche intumescence.

6. Vitrage selon l'une des revendications précédentes dans laquelle la couche intumescence est constituée de silicate de sodium et/ou de potassium, en plus desquels du lithium est présent au plus pour 10% atomique de l'ensemble des alcalins.

7. Vitrage selon l'une des revendications précédentes dans lequel le rapport molaire SiO_2/M_2O est de 3 à 6.

8. Vitrage selon l'une des revendications précédentes dans lequel la couche intumescence comprend encore des additifs en proportions pondérales qui ne dépassent pas 6% de l'ensemble de la couche intumescence.

9. Vitrage selon la revendication 8 dans lequel parmi les additifs présent dans la couche figurent notamment un ou plusieurs composés du groupe comprenant des composés aminés et des composés organiques du silicium.

10. Vitrage selon la revendication 9 dans lequel parmi les additifs figure le TMAH à une teneur ne dépassant pas 2% en poids de la couche intumescence.

11. Vitrage selon la revendication 9 dans lequel parmi les composés organiques du silicium figurent le TEOS et/ou le MTEOS.

12. Procédé de production de vitrage résistant au feu selon l'une des revendications précédentes dans lequel pour produire la couche intumescence une solution de départ est préparée dont la teneur initiale en eau

et glycérine et éthylène glycol est au moins égale à 50% en poids de cette solution, la solution utilisée pour constituer la couche intumescence étant ramenée aux valeurs finales par séchage après qu'elle ait été appliquée sur un support, ou par déshydratation de préférence sous vide conduite sur la solution elle-même.

13. Procédé selon la revendication 16 dans lequel la solution de départ est constituée au moins en partie de silicate alcalin industriel, le complément résultant de la réaction d'une suspension de silice colloïdale et d'hydroxyde alcalin.

BREVET D'INVENTION
ABRÉGÉ DESCRIPTIF

Vitrage anti-feu

L'invention concerne un vitrage résistant au feu comprenant au moins une couche intumescence de silicate alcalin hydraté dont l'épaisseur n'est pas inférieure à 2,5mm, qui comporte de l'eau et éventuellement de composés qui se substituent en partie à celle-ci, composés qui sont soit la
5 glycérine soit l'éthylène glycol, ceux-ci avec l'eau étant présents à raison de 25 à 45% en poids de la couche, et avec un rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ de 2,5 à 6, la couche intumescence présentant une viscosité qui permet d'éviter le fluage de la couche dans le temps.

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL ETABLI EN VERTU DE L'ARTICLE 21 § 9 DE LA LOI BELGE SUR LES BREVETS D'INVENTION DU 28 MARS 1984

IDENTIFICATION DE LA DEMANDE INTERNATIONALE	REFERENCE DU DEPOSANT OU DU MANDATAIRE BE 4585 NP PYRONEW
Demande nationale belge n° 2010/00528	Date du dépôt 03-09-2010
	Date de priorité revendiquée
Déposant (Nom) AGC Glass Europe	
Date de la requête d'une recherche de type international 17-11-2010	Numéro attribué par l'administration chargée de la recherche internationale à la requête d'une recherche de type international SN 55183
I. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE (en cas de plusieurs symboles de la classification, les indiquer tous) Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB B32B17/10 C09K21/02 E06B5/16 C03C17/22	
II. DOMAINES RECHERCHES	
Documentation minimale consultée	
Système de classification	Symboles de la classification
IPC 8	C03C B32B C09K E06B
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents font partie des domaines consultés	
III. ☐ IT A ETE ESTIME QUE CERTAINES REVENDEICATIONS NE POUVAIENT FAIRE L'OBJET D'UNE RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)	
IV. ☐ ABSENCE D'UNITE DE L'INVENTION ET/OU CONSTATATION RELATIVE A L'ETENDUE DE LA RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)	

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Demande de recherche No

BE 201000528

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

INV. B32B17/10 C09K21/02 E06B5/16 C03C17/22
ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

C03C B32B C09K E06B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X,D	WO 2010/055166 A2 (AGC FLAT GLASS EUROPE SA [BE]; GOELFF PIERRE [BE]; JORDAN ERIC [BE] AG) 20 mai 2010 (2010-05-20) cité dans la demande * le document en entier *	1-13
X	WO 2007/060203 A1 (GLAVERBEL [BE]; GOELFF PIERRE [BE]) 31 mai 2007 (2007-05-31) * le document en entier *	1-8,12,13
X	EP 2 072 247 A1 (AGC FLAT GLASS EUROPE SA [BE]) 24 juin 2009 (2009-06-24) * alinéas [0001], [0044] - [0052], [0073] - [0078] *	1-13
	----- -/--	



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- *T* document ultérieur publié après la date de dépôt ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- *&* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche de type international a été effectivement achevée

24 mars 2011

Date d'expédition du rapport de recherche de type international

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patëntlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Wrba, Jürgen

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Demande de recherche No

BE 201000528

C.(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie *	Documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	WO 2007/118887 A1 (GLAVERBEL [BE]; ALDENHOFF OLIVIER [BE]; DURY BERTRAND [BE]) 25 octobre 2007 (2007-10-25) * le document en entier *	1-13
X	US 2007/275231 A1 (MEYER GERHARD [DE] ET AL) 29 novembre 2007 (2007-11-29) * alinéas [0002], [0054] - [0083], [0193] - [0252]; revendications 1-24 *	1-13
X	WO 2006/092426 A1 (GLAVERBEL [BE]; GOELFF PIERRE [BE]) 8 septembre 2006 (2006-09-08) * le document en entier *	1-13
X	US 5 565 273 A (EGLI WALTER [CH] ET AL) 15 octobre 1996 (1996-10-15) * revendications 1-18; exemples 1-3 *	2-8
A	DE 28 33 385 A1 (BASF AG) 14 février 1980 (1980-02-14) * le document en entier *	1-11

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande de recherche n

BE 201000528

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2010055166	A2	20-05-2010	AUCUN
WO 2007060203	A1	31-05-2007	CN 101360692 A 04-02-2009 EA 200801415 A1 30-12-2008 EP 1960317 A1 27-08-2008 US 2009148708 A1 11-06-2009
EP 2072247	A1	24-06-2009	AUCUN
WO 2007118887	A1	25-10-2007	EP 2007574 A1 31-12-2008
US 2007275231	A1	29-11-2007	AU 2003290008 A1 09-07-2004 WO 2004054800 A1 01-07-2004 EP 1431027 A1 23-06-2004 EP 1575771 A1 21-09-2005 JP 2006511357 T 06-04-2006
WO 2006092426	A1	08-09-2006	BE 1016472 A3 07-11-2006 EP 1855878 A1 21-11-2007
US 5565273	A	15-10-1996	AT 180207 T 15-06-1999 AU 4556693 A 15-03-1994 CA 2120932 A1 03-03-1994 WO 9404355 A1 03-03-1994 DE 59309595 D1 24-06-1999 DK 620781 T3 08-11-1999 EP 0620781 A1 26-10-1994 ES 2133404 T3 16-09-1999 FI 941624 A 08-04-1994 GR 3030889 T3 30-11-1999 JP 7500310 T 12-01-1995 JP 3710138 B2 26-10-2005 LT 3204 B 27-03-1995 LV 11049 B 20-04-1996
DE 2833385	A1	14-02-1980	AUCUN



OPINION ÉCRITE

Dossier N° SN55183	Date du dépôt (jour/mois/année) 03.09.2010	Date de priorité (jour/mois/année)	Demande n° BE201000528
Classification internationale des brevets (CIB) INV. B32B17/10 C09K21/02 E06B5/16 C03C17/22			
Déposant AGC Glass Europe			

La présente opinion contient des indications et les pages correspondantes relatives aux points suivants :

- ☒ Cadre n° I Base de l'opinion
- ☐ Cadre n° II Priorité
- ☐ Cadre n° III Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle
- ☐ Cadre n° IV Absence d'unité de l'invention
- ☒ Cadre n° V Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
- ☐ Cadre n° VI Certains documents cités
- ☐ Cadre n° VII Irrégularités dans la demande
- ☐ Cadre n° VIII Observations relatives à la demande

Formulaire BE237A (feuille de titre) (Janvier 2007)	Examineur Wrba, Jürgen
---	---------------------------

OPINION ÉCRITE

Demande n°

BE201000528

Cadre n° I Base de l'opinion

1. Cette opinion a été établie sur la base des revendications déposées avant le commencement de la recherche.
2. En ce qui concerne **la ou les séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande, le cas échéant, cette opinion a été effectuée sur la base des éléments suivants :
 - a. Nature de l'élément:
 - ☐ un listage de la ou des séquences
 - ☐ un ou des tableaux relatifs au listage de la ou des séquences
 - b. Type de support:
 - ☐ sur papier
 - ☐ sous forme électronique
 - c. Moment du dépôt ou de la remise:
 - ☐ contenu(s) dans la demande telle que déposée
 - ☐ déposé(s) avec la demande, sous forme électronique
 - ☐ remis ultérieurement
3. ☐ De plus, lorsque plus d'une version ou d'une copie d'un listage des séquences ou d'un ou plusieurs tableaux y relatifs a été déposée, les déclarations requises selon lesquelles les informations fournies ultérieurement ou au titre de copies supplémentaires sont identiques à celles initialement fournies et ne vont pas au-delà de la divulgation faite dans la demande internationale telle que déposée initialement, selon le cas, ont été remises.
4. Commentaires complémentaires :

OPINION ÉCRITE

Demande n°
BE201000528

Cadre n° V Opinion motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté	Oui :	Revendications	
	Non :	Revendications	1-13
Activité inventive	Oui :	Revendications	
	Non :	Revendications	1-13
Possibilité d'application industrielle	Oui :	Revendications	1-13
	Non :	Revendications	

2. Citations et explications

voir feuille séparée

Ad point V

Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle ; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1 Il est fait référence aux documents suivants :

- D1 WO 2010/055166 A2 (AGC FLAT GLASS EUROPE SA [BE]; GOELFF PIERRE [BE]; JORDAN ERIC [BE] AG) 20 mai 2010 (2010-05-20) cité dans la demande
- D2 WO 2007/060203 A1 (GLAVERBEL [BE]; GOELFF PIERRE [BE]) 31 mai 2007 (2007-05-31)
- D3 EP 2 072 247 A1 (AGC FLAT GLASS EUROPE SA [BE]) 24 juin 2009 (2009-06-24)
- D4 WO 2007/118887 A1 (GLAVERBEL [BE]; ALDENHOFF OLIVIER [BE]; DURY BERTRAND [BE]) 25 octobre 2007 (2007-10-25)
- D5 US 2007/275231 A1 (MEYER GERHARD [DE] ET AL) 29 novembre 2007 (2007-11-29)
- D6 WO 2006/092426 A1 (GLAVERBEL [BE]; GOELFF PIERRE [BE]) 8 septembre 2006 (2006-09-08)
- D7 US 5 565 273 A (EGLI WALTER [CH] ET AL) 15 octobre 1996 (1996-10-15)

2 Absence de clarté

La revendication 2 n'est pas claire. Dans cette revendication le silicate alcalin hydraté de la couche intumescence est constitué de silicate mixte de sodium et potassium. L'objet de la protection demandée n'est pas clairement défini car le rapport molaire $\text{Na}_2\text{O}/\text{M}_2\text{O}$ décrit dans cette revendication peut être également 0% ou 100%, c'est-à-dire le silicate alcalin hydraté ne peut comprendre aucun sodium ou aucun potassium.

3 Absence de nouveauté

De plus, nonobstant le manque de clarté mentionné ci-dessus, l'objet des revendications 1-13 n'est pas nouveau, et les conditions de brevetabilité ne sont donc pas remplies.

- 3.1 Le document D1 divulgue (les références entre parenthèses s'appliquent à ce document) un vitrage anti-feu comprenant une couche intumescence de silicate potassium hydraté dont le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{K}_2\text{O}$ est 6. La couche comprend 38% d'eau, 4% d'éthylène glycol et 1% de TMHA (page 14, ligne 16 - page 16, ligne 9). L'épaisseur de cette couche n'est pas supérieure à 3 mm (page 6, lignes 18-21). Des composés du type TEOS ou MTEOS peuvent être ajouté (page 9, lignes 4-9).

Le vitrage anti-feu est produit par un procédé dans lequel une solution de départ est préparée dont la teneur initiale en eau et éthylène glycol (W+H) est 55% et cette solution est séchée jusqu'à la teneur finale (page 14, ligne 13 - page 15, ligne 8).

Bien que D1 ne décrive pas la viscosité revendiquée, la matière première et le procédé de fabrication sont identiques à ceux décrits dans la présente demande. Si les propriétés des films résultants sont mesurées, les mêmes valeurs sont obtenues que celles décrites dans la présente demande.

L'objet des revendications 1-13 n'est donc pas nouveau.

- 3.2 Le document D2 divulgue (les références entre parenthèses s'appliquent à ce document) un vitrage anti-feu comprenant une couche intumescence de silicate alcalin hydraté dont le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ est 5 et la teneur en eau est 41% (exemple 3). Le silicate alcalin hydraté peut être constitué de silicate mixte (exemple 1; page 5, lignes 1-7). L'épaisseur de cette couche peut être jusqu'à 10 mm (page 11, lignes 8-10). Pour l'amélioration de la résistance mécanique et pour la déduction de la teneur en eau, la glycérine peut être ajouté (page 5, lignes 14-17; page 6, lignes 18-21). Dans les exemples 1 et 2 7% de glycérine est ajouté.

Le vitrage anti-feu est produit par un procédé dans lequel une solution de départ est préparée dont la teneur initiale en eau et glycérine (W+H) est 53,2% et cette solution est séchée jusqu'à la teneur finale (exemple 1).

Bien que D2 ne décrive pas la viscosité revendiquée, la matière première et le procédé de fabrication sont identiques à ceux décrits dans la présente demande. Si les propriétés des films résultants sont mesurées, les mêmes valeurs sont obtenues que celles décrites dans la présente demande.

L'objet des revendications 1-8, 12 et 13 n'est donc pas nouveau.

- 3.3 Le document D3 divulgue (alinéas [0073]-[0078]) un vitrage anti-feu comprenant une couche intumescence de silicate potassium hydraté dont le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{K}_2\text{O}$ est 4,6. La couche comprend 38% d'eau, 4% d'éthylène glycol et 2% de TMHA (page 14, ligne 16 - page 16, ligne 9). L'épaisseur de cette couche est 2 mm.

Le vitrage anti-feu est produit par le même procédé que ce revendiqué. Concernant la viscosité revendiquée, la même argumentation mentionnée ci-dessus s'applique mutatis mutandis. L'objet des revendications 1-13 n'est donc pas nouveau.

- 3.4 Le document D4 divulgue (page 3, lignes 15-20; page 5, ligne 14 - page 7, ligne 24; exemple 2) un vitrage anti-feu comprenant une couche intumescence de silicate sodium hydraté dont le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ est de 5,5. La couche comprend 30% d'eau, 6% de glycérine et 0,25% de TMHA. L'épaisseur de cette couche peut être au plus égale 3 mm et des composés du type TEOS ou MTEOS peuvent être ajouté.

Le vitrage anti-feu est produit par le même procédé que ce revendiqué. Concernant la viscosité revendiquée, la même argumentation mentionnée ci-dessus s'applique mutatis mutandis. L'objet des revendications 1-13 n'est donc pas nouveau.

- 3.5 Le document D5 divulgue (alinéas [0077]-[0083],[0193]-[0219], [0225], [0239], [0247]) un vitrage anti-feu comprenant une couche intumescence de silicate mixte de sodium et de potassium hydraté dont le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ est 5,3. La couche comprend 25% d'eau, et éventuellement de glycérine, de TEOS ou de MTEOS. L'épaisseur de cette couche est de 1,29 à 4.03 mm.

Le vitrage anti-feu est produit par le même procédé que ce revendiqué. Concernant la viscosité revendiquée, la même argumentation mentionnée ci-dessus s'applique mutatis mutandis. L'objet des revendications 1-13 n'est donc pas nouveau.

- 3.6 Le document D6 divulgue (revendications 1-18; page 11, ligne 18) un vitrage anti-feu comprenant une couche intumescence de silicate mixte de sodium et de potassium hydraté dont le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ est de 3,5 à 10. La couche peut comprendre 40% d'eau, et éventuellement de glycérine, de TMAH de TEOS ou de MTEOS. L'épaisseur de cette couche ne dépasse pas 3mm.

Le vitrage anti-feu est produit par le même procédé que ce revendiqué. Concernant la viscosité revendiquée, la même argumentation mentionnée ci-dessus s'applique mutatis mutandis. L'objet des revendications 1-13 n'est donc pas nouveau.

- 3.7 Le document D7 divulgue (exemple 3, revendications 1-13) un vitrage anti-feu comprenant une couche intumescence de silicate mixte de sodium et de potassium hydraté dont le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ est 5. La couche comprend 44% d'eau. L'objet des revendications 2-8 n'est donc pas nouveau.