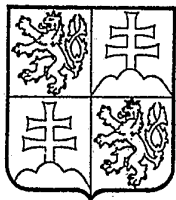


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

273 626

(11)

(13) B2

(51) Int. Cl.⁵
C 03 C 27/12

(21) PV 9770-86.S
(22) Přihlášeno 22 12 86
(30) Právo přednosti od 23 12 85 US (812493)

(40) Zveřejněno 12 07 90
(45) Vydáno 13 03 92

(72) Autor vynálezu GOMEZ ILDEFONSO LUIS, LONGMEADOW,
MASSACHUSETTS (US)
(73) Majitel patentu MONSANTO COMPANY
ST. LOUIS, MISSOURI (US)

(54) Směs pro dodávání žáruvzdornosti laminačním
mezivrstvám

(57) Směs pro dodávání žáruvzdornosti laminačním mezivrstvám, která je užitečná zejména v mezivrstvách používaných ve vrstvených bezpečnostních sklech. Tato směs obsahuje a) směs změkčovadel skládající se z kokso-tvorné složky, jako organického fosfátu, sekvestračního činidla pro kyslík, jako organického fosfitu, přičemž kokso-tvorné činidlo je složkou převažující, b) nukleační činidlo, jako sublimovaný oxid křemičitý, pro dispergaci produktů rozkladu, které z mezivrstvy vznikají při požáru, a c) za tepla reaktivní pojivovou pryskyřici, jako silikonovou pryskyřici.

Vynález se týká směsí pro dodávání žáruvzdornosti laminačním mezivrstvám, zejména pak směsí, které jsou užitečné v mezivrstvách používaných ve vrstvených bezpečnostních sklech.

Je dobře známo, že jako okenních tabulí ve vozidlech a průmyslových a obytných budovách se může používat netříštivých opticky čirých vrstvených skel, tzv. bezpečnostního skla, které sestává z alespoň jedné termoplastické mezivrstvy uspořádané mezi dvěma skleněnými deskami nebo mezi jednou skleněnou deskou a protilehlou tuhou termoplastickou deskou. Když je takové bezpečnostní sklo vystaveno za havarijních podmínek požáru, skleněná vrstva téměř ihned popraská, obvykle používané mezivrstvy se roztaví a začnou odkapávat a vytékat z prasklin na podstavu a často potom zcela shoří, obvykle v průběhu několika minut v závislosti na době expozice a teplotě plamene. Delší expozice má za následek odpadnutí kousků skla a nakonec úplný rozpad vrstveného skla. Když již okna ztratí svůj ochranný účinek, může dým nekontrolovaně proudit strukturou, ve které byla bezpečnostní skla umístěna, což zvyšuje ohrožení bezpečnosti obyvatel, kteří mohou být v této struktuře uvězněni. Kromě toho nepřítomnost jakékoliv zbrány pro přístup vnější atmosféry umožňuje, aby kyslík požár dále zhoršoval.

Pro odstranění těchto nevýhod je možno použít skla s drátěným pletivem, které dodává okenní tabuli pevnost při vystavení požáru, ale viditelné drátěné pletivo zhoršuje vzhled okna. Jako náhrada běžných mezivrstev v okenních tabulích z bezpečnostního skla jsou obchodem nabízeny mezivrstvy, pravděpodobně anorganického typu, a gely, které při expozici bezpečnostní tabule požáru vypění v prostoru mezi dvěma skleněnými deskami, a tím dodají vrstvenému útvaru žáruvzdornost. Tyto speciální mezivrstvy a gely jsou velmi nákladné a za normálního použití, tj. není-li požár, mají větší zbarvení (žlutost) a horší odolnost proti povětrnostním vlivům (tj. odolnost proti UV záření) ve srovnání s obvyklými mezivrstvami bezpečnostních skel.

Nyní bylo podle vynálezu dosaženo zlepšení, kterým se omezuje citlivost vrstvených bezpečnostních skel k poškození v průběhu expozice vyšším teplotám, ke které dochází za havarijních podmínek v případě požáru.

Hlavním úkolem vynálezu je zachovat celistvost vrstvených bezpečnostních skel v průběhu jejich expozice vysokému tepelnému namáhání při požáru tím, že se mezivrstvě používané v těchto vrstvených sklech dodá žáruvzdornost.

Dalším úkolem tohoto vynálezu je vyvinout směs přísad dodávající žáruvzdornost laminačním mezivrstvám, bez toho, že by se obětovaly jiné požadované uživatelské vlastnosti laminátu, jako je optická čírost.

Ještě dalším úkolem vynálezu je vyvinout takovou směs pro dodání žáruvzdornosti, ze které se při expozici teplotě plamene neuvolňují plynné zplodiny rozkladu, které by byly toxičtější než zplodiny vzniklé při rozkladu samotného materiálu mezivrstvy, ve kterém je směs dodávající žáruvzdornost dispergována.

Další úkoly, které vynález řeší, vyplývají z následujícího popisu a definice předmětu vynálezu.

Tyto a jiné úkoly jsou podle vynálezu vyřešeny vyvinutím směsi dodávající žáruvzdornost laminačním mezivrstvám, ze kterých se při expozici vysokému tepelnému namáhání za podmínek požáru vyvíjí poměrně brzy a rovnoměrně v celé oblasti těchto mezivrstev látka typu koksu. Tato černá koksovitá látka v prostoru mezi přiléhajícími, obvykle skleněnými, tabulemi poskytuje vrstvené skleněné tabuli strukturální integritu postačující k tomu, aby sklo přežilo požár poměrně neporušené. Předmětem vynálezu je směs pro dodávání žáruvzdornosti laminačním mezivrstvám, vyznačující se tím, že obsahuje a) 80 až 90 % směsi změkčovadel zahrnující koksotvornou složku, kterou je přednostně organický fosfát, činidlo sekvestrující kyslík, kterým je přednostně organický fosfit, přičemž koksotvorná složka je složkou hlavní; b) 2 až 8 % nukleačního činidla, kterým je přednostně sublimovaný oxid křemičitý, pro dispergaci produktů rozkladu, které při expozici mezivrstvy požáru vznikaly, a c) 2 až 2,6 % za tepla reaktivní, přednostně silikonové, pojivové pryskyřice.

Směs změkčovadel, která je složkou soustavy přísad, má podle vynálezu několik funkcí. Především je kompatibilní s polymerní matricí tvořící mezivrstvu, ve které je dispergována, a tuto polymerní matrici konvenčním způsobem plastifikuje, tj. zlepšuje tokové vlastnosti této pryskyřice a její zpracovatelnost. Za druhé, během hoření funguje jako sekvestrační činidlo pro kyslík a jako konzument kyslíku, a tím reguluje počáteční fázi spalování aditivované mezivrstvy během expozice podmínkám požáru. Za třetí, vedlejší produkt, který vzniká tepelným rozkladem v průběhu expozice vysokým teplotám při požáru, přispívá k sítování polymeru a ke tvorbě zuhelnatělých zbytků (koksů) a uhlíku, které požár přežívají, na rozdíl od úplného spálení.

Změkčovací složkou, která je schopna plnit shora uvedené několikéré funkce, je přednostně směs organického fosfátu a organického fosfitu.

Převažující složkou směsi změkčovadel je organický fosfát, který je hlavním změkčovadlem pryskyřice tvořící mezivrstvu. Důležité je, že podle všech předpokladů se tato složka rozkládá na kyselinu fosforečnou a přispívá ke tvorbě koksů z polymerní matrice při jejím rozkladu v průběhu expozice požáru. Jako organických fosfátů je možno použít sloučenin, které jsou uvedeny v patentu USA č. 3 841 890 ve sloupci 2, řádku 12 až sloupci 3 řádku 6. Přednostními organickými fosfáty jsou tributoxyethylfosfát (dostupný od firmy FMC Corporation, Philadelphia, Pa., USA) a isodecyl difenylfosfát (dostupný od firmy Monsanto Company pod označením Santicizer[®] 148). Tvorba zuhelnatělých zbytků (koksů) se může zvýšit tím, že se do soustavy přísad zahrnou určité kompatibilní retardéry hoření na bázi fosfátů, které nejsou samy o sobě považovány za změkčovadla. Typickými látkami tohoto druhu jsou vysokomolekulární produkty na bázi fosforinonů, které jsou k dostání od firmy Monsanto Company pod chráněnou známkou Phosgard. Těchto látek by se mělo používat v množství od asi 3 do asi 5 dílů na 100 dílů polymerní matrice. Produkty rozkladu těchto látek, vznikající za podmínek požáru, zvyšují obsah fosfátů v soustavě, které jsou k dispozici pro tvorbu koksů.

Pro zlepšení mazacích vlastností měkčené mezivrstvy a pro zlepšení jejich tokových vlastností se může část organického fosfátu nahradit obvyklým změkčovadlem na jiné než fosfátové bázi, která není koksotvorná. Podmínkou pro to je, že je ve směsi přítomno dostatečné množství organického fosfátu (spolu s dále popsáním fosfitem), aby vznikl koks, jehož vznik je součástí mechanismu podle vynálezu. Jako typické příklady takových nefosfátových změkčovadel je možno uvést triethylenglykoldi-(2-ethylbutyrát), dihexyladipát, dioktyladipát, směsi heptyl a nonyladipátů, dibutylsebakát, polymerní změkčovadla, jako olejem modifikované alkydy na bázi kyseliny sebakové a směsi adipátů a alkylbenzylftalátů, jako jsou látky uvedené v USA patentu č. 4 144 217.

Složka organického fosfitu, která je menšinovou složkou směsi změkčovadel, kromě toho, že funguje jako změkčovadlo, spotřebovává kyslík během počáteční fáze spalování a přitom se oxiduje na fosfát, který se nakonec rozkládá na kyselinu fosforečnou a doplňuje shora uvedenou složku organického fosfátu tím, že přispívá ke tvorbě koksů. Kromě toho během zpracování v tavenině zvyšuje tepelnou stálost polymerní matrice a minimalizuje její rozklad. Jako příklady organických fosfitů, jichž lze použít k tomuto účelu, je možno uvést triisopropylfosfit, tridecylfosfit, triisodecylfosfit, didecyl(aryl)fosfit, dostupný pod označením CH 300 od firmy Interstab/Akzo Chemie of New Brunswick, N.J., USA, trinonylfenylfosfit, triisooktylfosfit, jejich směsi a podobně.

Sekvestrace kyslíku se může zvýšit tím, že se do soustavy přísad zahrnou určité kompatibilní antioxidanty, které také nejsou samy o sobě změkčovadly, ale které doplňují funkci fosfitové složky spočívající v pohlcování kyslíku. Typickými látkami tohoto druhu jsou stericky bráněné nízkotěkavé vysokomolekulární tenolické sloučeniny, které jsou dostupné od firmy CIBA-GEIGY pod firemním označením Irganox[®].

Když je pryskyřicí, která tvoří polymerní matrici mezivrstvy a ve které je soustava přísad dispergována, polyvinylbutyral (PVB), účelně se do formulace přidává hydrogenfosforečnan disodný v množství 300 až 1 500 ppm hmot., vztaženo na polyvinylbutyral, za účelem regulace pH během zpracovávání v tavenině, při kterém se vytváří mezivrstva. Tato sloučenina sodíku slouží jako pufr pro neutralizaci potenciální kyselosti, která může v určitém rozsahu způsobovat za vysoké teploty rozklad polyvinylbutyralu. Další podrobnosti vztahující se k tomuto aspektu jsou uvedeny v patentu USA č. 4 027 069, příklady 2 až 4.

Hmotnostní poměr fosfátového změkčovadla k fosfitovému změkčovadlu ve směsi změkčovadel by měl být v rozmezí od 7 : 1 do 13 : 1, přednostně od 8 : 1 do 10 : 1. Množství směsi změkčovadel, tvořené fosfátovým a fosfitovým změkčovadlem, v celkové směsi přísad, která dodává materiálu mezivrstvy žáruvzdornost a která zahrnuje kromě změkčovací směsi ještě nukleační činidlo a za tepla reaktivní pojivovou pryskyřici (které jsou popsány dále), by mělo ležet v rozmezí od asi 80 do asi 90 % a přednostně od 85 do 88 % hmot. vztaženo na celkovou směs přísad.

Nukleační činidlo, které je součástí směsi přísad, se uplatňuje při vzniku zuhelnatělých zbytků (koksu) rozkladem změkčovadla a polymeru při vysoké teplotě plamene tím, že zajišťuje dispergaci těchto produktů. Zuhelnatělé zbytky, které přežívají požár, vytvářejí přitom síť podobnou síti keramického typu, která spojuje protilehlé skleněné desky. Tato síť snižuje na minimum praskání skla a dodává celé sestavě skel strukturní integritu. Při expanzi mezivrstvy, ke které dochází během tvorby zuhelnatělých zbytků, je možno ve vrstvě pozorovat malé bublinky. Předpokládá se, že tyto bublinky jsou tvořeny nukleačním činidlem a že okolo nich a v nich vznikají koksové zbytky. V nepřítomnosti nukleačního činidla je koksování nepravidelné, jsou pozorovány velké bubliny a spojení sítě se sklem je slabé a nepravidelné. Kromě toho bylo pozorováno, že přítomnost nukleačního činidla ve hmotě mezivrstvy na bázi polyvinylbutyralu posunuje maximum exotermie získané při diferenciální termální analýze v oblasti teploty 600 °C o 30 °C směrem nahoru. Tím nukleační činidlo, které je součástí směsi přidávaných přísad, dále zlepšuje žáruvzdornost, které se podle vynálezu dosahuje.

Nukleační činidlo podle vynálezu by mělo mít index lomu ležící v rozmezí $\pm 0,03$ vzhledem k plastifikované hmotě, aby neudělovalo mezivrstvě, ve které je dispergováno, žádný pozorovatelný zákal. Aby splňovalo svou dispergační funkci, nemělo by se rozkládat před tím než dochází k tavení skla za vysokých teplot při požáru. Přednostním nukleačním činidlem jsou jemné částice porézního vysoce čistého sublimovaného anorganického oxidu křemičitého SiO_2 . Jako nukleační činidlo podle vynálezu funguje dobře obchodně dostupný výrobek firmy Cabot Corporation Cab-O-Sil[®] M-5, jehož primární částice mají velikost 0,014 μm a který má index lomu 1,46 a čistotu 99,8 %. Lze také použít výrobků Syloid[®] 244 od firmy W. R. Grace Company a Aerosil od firmy Degussa, což jsou sublimované typy oxidu křemičitého.

Množství nukleačního činidla přítomné ve směsi přísad pro dodání žáruvzdornosti by mělo být v rozmezí od asi 2 do asi 8 % a přednostně od asi 2 do 5 %, vztaženo na součet hmotností nukleačního činidla, změkčovací směsi a pojivového činidla.

Za tepla reaktivní pojivová pryskyřičná složka směsi přísad pro dodávání žáruvzdornosti funguje v počátečních stádiích expozice vůči požáru při teplotách v mezivrstvě řádově asi 250 °C, tj. před tím, než dojde k rozkladu změkčovadla a polymerní matrice. Při těchto teplotách dojde k samovolnému zesíťování pryskyřice a tepelnému vytvrzení, čímž se zabrání většímu rozsahu toku polymerní matrice a složek změkčovadla. V nepřítomnosti pojivové pryskyřice se složky mezivrstvy taví a skapávají na podstavu okenní tabule. Aby pojivová pryskyřice nezpůsobovala zákal a nezhoršovala pevnostní vlastnosti mezivrstvy, měla by mít v podstatě stejný index lomu jako změkčená polymerní matrice a přednostně by neměla reagovat s polymerní matricí. Je-li polymerní matrice z polyvinylbutyralu, může se jako vhodné pojivové pryskyřice použít za tepla reaktivní silikonové pryskyřice s pojivovými vlastnostmi, jako je pryskyřice dostupná od firmy Dow Corning pod označením QR-4-3136.

Množství za tepla reaktivní pojivové pryskyřice ve směsi přísad pro dodání žáruvzdornosti podle vynálezu by mělo ležet v rozmezí od asi 2 do asi 2,6 % a přednostně od 2,1 do 2,3 % vztaženo na součet hmotnosti změkčovací směsi, nukleačního činidla a pojivového činidla. Toto množství může být však i velmi nízké, jako například 0,1 až asi 0,3 %.

Pryskyřice, používaná jako matrice pro směs přísad pro dodání žáruvzdornosti podle vynálezu, musí být kompatibilní s touto směsí přísad a musí být zpracovatelná na opticky čirou mezivrstvu (film), kterou lze za tepla laminovat ke sklu za vzniku netříštivého bezpečnostního vrstveného skla. Jako příklady takových pryskyřic je možno uvést polyvinylacetaly, jako polyvinylbutyral, poly(ethyl-vinylacetát), poly(ethylen-vinylacetát-vinylalkohol), poly(ethylen-methylmethakrylát-kyselina akrylová), atd. Polyvinylbutyral, který je odborníkům v této souvislosti dobře známý, je přednostní pryskyřicí.

Přednostní polyvinylbutyralové pryskyřice mají Staundingerovu molekulovou hmotnost v rozmezí od asi 50 000 do 600 000 a přednostně od 150 000 do 270 000 a jejich složení je možno popsat těmito hmotnostními údaji: 5 až 25 % : hydroxylových skupin, počítáno jako polyvinylalkohol, 0 až 4 % acetátových skupin, počítáno jako polyvinylacetát, a zbytek do 100 % v podstatě butyral. Přednostně se polyvinylbutyralové pryskyřice skládá hmotnostně z 10 až 25 % hydroxylových skupin, počítáno jako polyvinylalkohol, 0 až 3 % acetátových skupin, počítáno jako polyvinylacetát, přičemž zbytek v podstatě tvoří acetal butyraldehydu.

Jako příklad polyvinylbutyralové pryskyřice, které lze použít podle vynálezu, je možno uvést pryskyřici Butvar[®] dodávanou firmou Monsanto Company. Takové pryskyřice je možno získat známým postupem acetalisace prováděným ve vodném nebo rozpouštědlovém prostředí, při kterém se nechává polyvinylalkohol reagovat s butyraldehydem v přítomnosti kyselého katalyzátoru, potom se provede neutralizace katalyzátoru a stabilizace a vysušení pryskyřice.

V případě použití polyvinylbutyralu jako polymerní matrice pro mezivrstvu obsahuje žáruvzdorná termoplastická kompozice, která vznikne smísením této polymerní matrice s kompatibilní směsí přísad podle vynálezu, asi 38 až asi 46 dílů, přednostně 39 až 41 dílů hmotnostních směsi přísad na 100 dílů hmotnostních polyvinylbutyralové pryskyřice. V případě použití jiných pryskyřic jako polymerní matrice pro mezivrstvu se může obsah směsi přísad od těchto hodnot odchylovat. Když je pryskyřičnou matricí látka o nízké viskozitě (například polyvinylacetát), používá se menších množství směsi přísad než v případě viskózní látky, jako je polyvinylbutyral.

Kromě směsi přísad pro dodání žáruvzdornosti podle vynálezu může termoplastická kompozice obsahující tuto kombinaci přísad a filmová vrstva z ní vytvořená obsahovat také přídatné přísady, jako jsou barviva, stabilizátory proti účinkům ultrafialového světla, soli regulující adhezi ke sklu a podobně.

Vynález je podrobněji objasněn v následujících příkladech konkrétního provedení. Příklady mají výhradně ilustrační charakter a rozsah vynálezu v žádném směru neomezuje. Pokud není uvedeno jinak, představují všechna procenta a díly uvedené v příkladech složení hmotnostní.

Příklad 1

Tento srovnávací příklad ilustruje chování konvenčního vrstveného bezpečnostního skla nikoliv podle vynálezu za simulovaných podmínek požáru.

Standardním laminačním postupem, který je odborníkům v tomto oboru znám, se vyrobily vrstvené desky bezpečnostního skla (15,2 x 45,7 cm) ze dvou tabulí plaveného skla uspořádaných okolo 0,76 mm tlusté mezivrstvy z materiálu Saflex[®] SR (výrobek Monsanto Company). Polymerní matrice této mezivrstvy byla z polyvinylbutyralu, obsahujícího 18 až 20 % zbytkových hydroxylových skupin, měřeno jako polyvinylalkohol, ve kterém byl dispergován dihexyladipát jako změkčovadlo (37 dílů na 100 dílů polyvinylbutyralu). Opticky čirá mezivrstva

vrstvené desky měla zákal 2 až 3 %, určený spektrofotometrem Hunter D 54. Odolnost proti požáru se měřila zkouškou šíření plamene podle ASTM-E162-81a tak, že se vrstvená deska vystavila v elektrické peci po dobu 20 minut působení sálající topné desky o teplotě 538 °C. Během expozice se chování vrstvených skel (integrita desky, šíření plamene, rychlost zuhelnatění) sledovalo okénkem v peci. Bylo pozorováno, že mezivrstva ve značném rozsahu hoří. Skleněné desky se rozpadly na několik kusů a roztavená mezivrstva стекла na podstavu desky. Teplota v šachtě pece (tj. teplota plynů vzniklých rozkladem mezivrstvy) byla 410 až 415 °C. Na konci expozičního cyklu byly vzorky vrstveného skla vyjmuty z pece a byla zjišťována jejich celistvost. Kontrolní vrstvená skla podle tohoto příkladu obsahující mezivrstvu z běžně používané pryskyřice Salfex[®] SR obsahovala u své podstavy pouze malé množství roztavené mezivrstvy. Hlavní množství mezivrstvy zcela shořelo a odešlo ve formě spalín. Obě skleněné tabule byly těžce popraskané.

Pro kvantitativní určení zbytkových složek byla provedena thermogravimetrická analýza (TGA) 100 mg vzorků nelaminované mezivrstvy z tohoto příkladu při rychlosti zvyšování teploty 40 °C/min. Množství reziduí zbývajících při různých zvýšených teplotách bylo použito jako měřítko žáruvzdornosti mezivrstvy. Byly zjištěny následující výsledky.

	Hmotnost zbytků v % při teplotě (°C)		
	500	590	950
SR mezivrstva	5,14	0	0

Tento kontrolní příklad ilustruje, že konvenční vrstvená bezpečnostní skla obsahující mezivrstvu z obchodně dostupného měkčeného polyvinylbutyralu nejsou žáruvzdorná.

Příklad 2

Tento příklad ilustruje kompozici se zlepšenou žáruvzdorností a mezivrstvu podle vynálezu získanou za použití směsi přísad pro dodání žáruvzdornosti v kombinaci s polyvinylbutyralovou pryskyřicí. Žáruvzdorné kompozice, obsahující směs přísad popsanou dále v tomto příkladu, se připravila mísením polyvinylbutyralové pryskyřice, použité pro tvorbu mezivrstvy v příkladu 1, se složkami směsi přísad ve vysoce intenzivním laboratorním mixeru (Diosna od firmy Papenmeier) pracujícím při frekvenci otáčení 800 min⁻¹, dokud teplota směsi nedosáhla 65,6 °C. Pro zlepšení dispergace se pevná část kompozice (tj. polyvinylbutyralová pryskyřice, pojivová pryskyřice, nukleační činidlo a pufr) nejprve v tomto mixeru předmísila v průběhu asi 1 minuty a potom se teprve přidala kapalná směs změkčovadel. Pro zlepšení mazacích vlastností kompozice se k ní přidal monoricinoleát glycerolu v množství 1 dílu na 100 dílů hmotnostních polyvinylbutyralu. Po ochlazení v opláštěvaném mísiči pracujícím s nízkými smykovými silami se promísená kompozice v drobtovité formě roztavila ve dvoustupňovém odvětrávaném laboratorním extruderu a vytlačila pomocí běžné tvářecí hlavy na pásek, ze kterého byly vylišovány listy mezivrstvy o tloušťce 0,76 mm.

Použitá žáruvzdorná kompozice měla toto složení:

Polyvinylbutyral	100,00 dílů
Isodecyldifenylfosfát	25,00 "
Dihexyladipát	10,00 "
Tridecylfosfit	2,00 "
Sublimovaný oxid křemičitý (Cab-O-Sil [®] M-5)	2,50 "
Termosetická silikonová pryskyřice (QR-4-3136)	1,00 "

Hydrogenfosforečnan disodný	0,05 dílů
Glycerolmonoricinoleát	1,00 "

Hodnota zákalu výsledné mezivrstvy byla 3 až 5 %, což je hodnota srovnatelná s hodnotou zákalu naměřenou u konvenčního filmu s neupravovanou žáruvzdorností podle příkladu 1.

Byla vyrobena vrstvená skla sestávající ze dvou skleněných tabulí a mezivrstvy o rozměrech 15 x 45,7 cm a tato skla byla vystavena podmínkám simulovaného požáru tak, jako v příkladu 1. Při vizuálním pozorování v průběhu hoření a po něm se zjistilo, že

- 1) rozsah hoření mezivrstvy byl o mnoho menší ve srovnání s příkladem 1, o kterém také svědčí teplota v šachtě pece 320 °C, což je teplota o téměř 100 °C nižší než byla teplota v případě kontrolního vzorku s neupravovanou žáruvzdorností;
- 2) skleněná tabule obrácená směrem k sálající desce obsahovala určitý počet podélných puklin, kudy nutně unikaly těkavé složky uvolňující se z mezivrstvy, skleněná tabule na odvrácené straně vzhledem k sálající desce umístěné v peci však neobsahovala žádné pukliny. Tento výsledek je interpretován v tom smyslu, že skleněná tabule vrstveného skla, která by byla odvrácena od skutečného požáru, tj. na opačné straně vrstveného skla, by za použití zůstala v podstatě neporušena;
- 3) mezi skleněnými tabulemi vznikla na místě původní nevyhořelé mezivrstvy poměrně pravidelná mezivrstva tvořená černými zuhelnatělými zbytky, která zaujímala asi 80 % původní plochy. Z toho vyplývá velmi důležitá skutečnost, že totiž zůstala zachována strukturní integrita vrstveného skla. V zuhelnatělé formaci byly poměrně rovnoměrně dispergovány malé bubliny o přibližně jednotné velikosti, o kterých se předpokládá, že vznikly okolo oxidu křemičitého, který tak funguje jako dispergátor koksu vznikajícího z vyhořelé změkčovací složky a polymerní matrice;
- 4) po ručním odtržení dvou skleněných tabulí z vrstveného skla na obou stranách mezivrstvy se zjistilo, že zuhelnatělá mezivrstva byla v celé své tloušťce tvořena slabou sítí o struktuře podobající se keramické síti, která spojuje a drží obě skleněné tabule u sebe.

Tak jako v příkladu 1 bylo na mezivrstvě prováděno měření metodou TGA ve spojení s hmotovým spektrometrem pro zjištění analýzy plynů uvolňujících se během pyrolýzy. Těkavé složky obsahovaly tyto látky: oxid uhličitý, vodu, butanol, kyselinu octovou, propen, formaldehyd, buten, benzen a kyselinu máselnou. Tyto těkavé látky jsou považovány za reprezentativní sloučeniny potvrzující závěr, že rozkladem mezivrstvy s upravenou žáruvzdorností nevznikají toxičtější zplodiny než při rozkladu mezivrstvy z příkladu 1, tj. z materiálu Saflex® SR s neupravenou žáruvzdorností.

Výsledky analýzy TGA prováděné na materiálu mezivrstvy podle vynálezu z příkladu 2, pokud se týče množství zbytků v závislosti na teplotě, jsou uvedeny v tabulce

	Hmotnost zbytků v % při teplotě (°C)		
	500	590	950
mezivrstva podle příkladu 2	19,8	18,0	8,0

Tyto výsledky TGA ukazují, že za podmínek simulovaného požáru, zůstává zachováno podstatné množství koksovitých produktů.

Příklad 3

Tento kontrolní příklad ilustruje funkci oxidu křemičitého ve směsi přísad pro dodání žáruvzdornosti podle vynálezu.

Byla připravena polyvinylbutyralová formulace podle příkladu 2, pouze s tím rozdílem, že neobsahovala dihexyladipát a složku oxidu křemíku. Při prohlídce vrstvených skel po zkoušce simulovaného požáru byl zjištěn značný rozsah popraskání obou skleněných desek. Bubliny, jejichž existence byla spojována s oxidem křemičitým, byly velké a byly méně pravidelně dispergovány v zuhelnatělé hmotě než v příkladu 2. Integrita vrstvených desek byla hodnocena jako špatná.

V předcházejícím popisu jsou sice konkrétně popsána určitá specifická provedení vynálezu, je však zřejmé, že vynález zahrnuje i různé jejich modifikace. Rozsah vynálezu je vymezen pouze následující definicí předmětu vynálezu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Směs pro dodávání žáruvzdornosti laminačním mezivrstvám, vyznačující se tím, že obsahuje:
 - a) 80 až 90 % směsi změkčovadel zahrnující koksotvornou složku a sekvestrační činidlo pro kyslík, přičemž koksotvorná složka je složkou převažující;
 - b) 2 až 8 % nukleačního činidla pro dispergaci produktů rozkladu, které z mezivrstvy vznikají při požáru, a
 - c) 2 až 2,6 % za tepla reaktivní pojivové pryskyřice, přičemž procentické údaje jsou hmotnostní a vztahují se k součtu složek a), b), a c) jako celku.
2. Směs podle bodu 1, vyznačující se tím, že koksotvornou složkou je organický fosfát.
3. Směs podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že sekvestračním činidlem pro kyslík je organický fosfit.
4. Směs podle bodů 1 až 2, vyznačující se tím, že nukleačním činidlem je sublimovaný oxid křemičitý.
5. Směs podle bodů 1 až 4, vyznačující se tím, že pojivovou pryskyřicí je silikonová pryskyřice.
6. Směs podle bodů 1 až 5, vyznačující se tím, že hmotnostní poměr koksotvorné složky k sekvestračnímu činidlu ve směsi změkčovadel je v rozmezí od 7 : 1 do 13 : 1.
7. Směs podle bodů 1 až 6, vyznačující se tím, že organický fosfát je zvolen ze skupiny zahrnující tributoxyethylfosfát, isodecyldifenylfosfát a jejich směsi.
8. Směs podle bodů 1 až 7, vyznačující se tím, že organický fosfit je zvolen ze skupiny zahrnující triisopropylfosfit, tridecylfosfit, didecyl(aryl)fosfit a jejich směsi.