

### CONFÉDÉRATION SUISSE

OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

<sub>①</sub> CH 651 250

**A5** 

(51) Int. Cl.4: B 32 B

17/06

C 03 C 27/12 E 04 C 2/54

## Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

# **12 FASCICULE DU BREVET** A5

(21) Numéro de la demande: 5033/82

73 Titulaire(s): Glaverbel, Bruxelles (BE)

22) Date de dépôt:

24.08.1982

30 Priorité(s):

28.08.1981 GB 8126343

(72) Inventeur(s): De Boel, Marcel, Chatelet (BE) Vanderstukken, Robert, Ransart (BE)

(24) Brevet délivré le:

13.09.1985

(45) Fascicule du brevet publié le:

13.09.1985

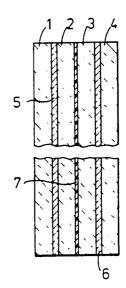
(74) Mandataire: A. Braun, Braun, Héritier, Eschmann AG, Patentanwälte, Basel

## (54) Vitrage coupe-feu et procédés de fabrication d'un tel vitrage.

(57) Ce vitrage comprend au moins deux couches de matière intumescente (5, 6) prises en sandwich entre des feuilles de matière vitreuse (1-4).

Entre ces deux couches (5, 6) sont disposées des feuilles internes de matière vitreuse (2, 3) qui sont solidarisées sous forme feuilletée sans matière intumescente intermédiaire.

Ces vitrages ont des performances au feu élevées.



#### REVENDICATIONS

- 1. Vitrage coupe-feu comprenant au moins deux couches de matière intumescente espacées (5, 6, 14, 15, 16, 24, 25), chacune d'elles étant prise en sandwich entre des feuilles de matière vitreuse (1-4, 8-12, 17, 18, 20, 21), caractérisé en ce que, entre au moins deux telles couches intumescentes (5, 6, 14, 15, 24, 25), sont disposées des feuilles internes de matière vitreuse (2, 3, 9, 10, 18, 19, 20), qui sont solidarisées sous forme feuilletée sans matière intumescente intermédiaire.
- 2. Vitrage selon la revendication 1, caractérisé en ce que lesdites feuilles internes de matière vitreuse sont solidarisées sous forme feuilletée au moyen de polyvinylbutyral ou d'une autre matière plastique intermédiaire (7, 13, 22, 23).
- 3. Vitrage selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce 15 qu'il comprend trois feuilles internes (18, 19, 20) solidarisées sous forme feuilletée, la feuille centrale (19) étant plus épaisse que chacune des deux autres, l'épaisseur de ladite feuille centrale étant de préférence d'au moins 6 mm.
- 4. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce 20 que toutes les feuilles de matière vitreuse (1-4, 8-12, 17-21) sont solidarisées entre elles sous forme feuilletée.
- 5. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'au moins une des feuilles de matière vitreuse (1-4, 8-12, 17-21), de préférence au moins une des feuilles internes (2, 3, 9, 10, 18-20), a un 25 vitreuse (2, 3, 8, 10, 18-20) à des forces d'aspiration et l'on fait coefficient (E) de dilatation thermique dans la gamme de températures de 0 à 400 C de  $7.5 \cdot 10^{-6}$  par C au plus.
- 6. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'au moins une des feuilles de matière vitreuse (1-4, 8-12, 17-21), de préférence au moins une des feuilles internes (2, 3, 9, 10, 18-20), a un 30 point de ramollissement dilatométrique de 600°C au moins.
- 7. Procédé de fabrication d'un vitrage coupe-feu selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de formation de vitrages plus minces comprenant chacun une couche de matière intumescente (5, 6, 14, 15, 24, 25) prise en sandwich entre 35 minces sont solidarisées l'une à l'autre au moyen de matière intudeux feuilles de matière vitreuse (1-4, 8-11, 17, 18, 20, 21), suivie d'une étape d'assemblage de tels vitrages plus minces l'un à l'autre par solidarisation de feuilles de matière vitreuse exposées (2, 3, 9, 10, 18, 20) de ces vitrages sous forme feuilletée, de telle manière que ces feuilles ainsi solidarisées deviennent des feuilles internes du vitrage plus épais résultant.
- 8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que les vitrages plus minces sont solidarisés l'un à l'autre au moyen d'une ou de plusieurs couches de liaison intermédiaires de matière plastique, telles qu'un ou plusieurs films de polyvinylbutyral (7, 13, 22, 23).
- 9. Procédé selon l'une des revendications 7 ou 8, caractérisé en ce que les feuilles de matière vitreuse (1-4, 8-12, 17, 18, 20, 21) de chacun des vitrages plus minces sont solidarisées l'une à l'autre sous forme feuilletée au moyen de matière intumescente intermédiaire (5, 8, 14, 15, 16, 24, 25).
- 10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que la solidarisation sous forme feuilletée des feuilles de matière vitreuse de chacun des vitrages plus minces est effectuée en soumettant de telles feuilles vitreuses (1-4, 8-12, 17, 18, 20, 21) et la matière intumescente intermédiaire (5, 6, 14-16, 24, 25) à des conditions de température et de pression comprenant des conditions temporaires de pression inférieures à la pression atmosphérique de manière que l'espace entre les feuilles vitreuses soit soumis à des forces d'aspiration agissant à la périphérie de l'ensemble avant que l'ensemble ne soit soumis à une pression provoquant la solidarisation définitive des feuilles de matière vitreuse l'une à l'autre au moyen de la ou des couches de matière intumescente.
- 11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que les feuilles de matière vitreuse (1-4, 8-12, 17, 18, 20, 21) de chacun des vitrages plus minces et la matière intumescente intermédiaire (5, 6, 14-16, 24, 25) sont soumises à des conditions de solidarisation en deux étapes dans la première desquelles, appelée étape de solidarisation préliminaire, on soumet l'espace intermédiaire entre les feuilles

- à des forces d'aspiration et l'on fait adhérer la matière intumescente aux feuilles, mais sans atteindre la solidarisation définitive, et dans la seconde desquelles, appelée étape de solidarisation définitive, le sandwich est chauffé à une température plus élevée et soumis à une pression plus forte pour obtenir la solidarisation définitive voulue.
- 12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que les feuilles de matière vitreuse (1-4, 8-12, 17, 18, 20, 21) des vitrages plus minces sont soumises à des étapes de solidarisation préliminaire et définitive avant l'assemblage des vitrages plus minces l'un à l'autre 10 sous forme feuilletée.
  - 13. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que les feuilles de matière vitreuse (1-4, 8-12, 17, 18, 20, 21) et la couche de matière intumescente (5, 6, 14, 16, 24, 25) de chacun des vitrages plus minces sont soumises à l'étape de solidarisation préliminaire avant l'assemblage l'un à l'autre des vitrages plus minces au moyen d'une couche de liaison intermédiaire (7, 13, 22, 23) (et avec la ou les feuilles de matière vitreuse intermédiaires (19) s'il en existe), et en ce que les composants des vitrages plus minces sont soumis à l'étape de solidarisation définitive après un tel assemblage.
  - 14. Procédé selon l'une des revendications 7 à 13, caractérisé en ce que les vitrages plus minces sont assemblés l'un à l'autre sous forme feuilletée par un procédé de solidarisation en deux étapes dans la première desquelles on soumet l'espace ou les espaces recevant la ou les couches de liaison (7, 13, 22, 23) entre les feuilles de matière adhérer le milieu de liaison aux feuilles de matière vitreuse entre lesquelles il est pris en sandwich, et dans la seconde desquelles les feuilles et le milieu de liaison intermédiaire sont soumis à des conditions provoquant la solidarisation définitive.
  - 15. Procédé selon les revendications 13 et 14, caractérisé en ce que la seconde étape du procédé d'assemblage des vitrages plus minces l'un à l'autre sous forme feuilletée constitue également l'étape de solidarisation définitive de l'opération par laquelle les feuilles de matière vitreuse (1-4, 8-12, 17, 18, 20, 21) des vitrages plus mescente intermédiaire (5, 6, 14-16, 24, 25).
- 16. Procédé de fabrication d'un vitrage coupe-feu selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'il comprend une étape d'assemblage de toutes les feuilles (1-4, 7, 8-13, 17-23) et les couches (5, 40 6, 14-16, 24, 25) qui constitueront le vitrage, sans étape de solidarisation préliminaire, et ensuite une étape de solidarisation à l'ensemble du sandwich pour assembler toutes les feuilles vitreuses (1-4, 8-12, 17-21) l'une à l'autre sous forme feuilletée.
- 17. Procédé selon la revendication 16, caractérisé en ce que la 45 solidarisation de l'ensemble du sandwich est effectuée par un procédé en deux étapes comprenant des étapes de solidarisation préliminaire et définitive avec application dans la première étape de forces d'aspiration sur les espaces contenant les couches de matière intumescente (5, 6, 14-16, 24, 25) et sur l'espace ou les espaces entre 50 les feuilles internes (2, 3, 8, 10, 18-20) contenant le milieu de liaison (7, 13, 22, 23).
- 18. Procédé selon l'une des revendications 7 à 17, caractérisé en ce qu'une ou chaque couche de matière intumescente (5, 6, 14-16, 24, 25) prise en sandwich entre deux feuilles vitreuses (1-4, 8-12, 17, 18, 55 20, 21) est formée par revêtement d'une face de chacune de ces deux feuilles au moyen de matière intumescente, suivi de l'assemblage de ces feuilles de manière que les revêtements se superposent et forment ensemble la couche de matière intumescente prête pour la solidarisation des feuilles l'une à l'autre.
- La présente invention concerne un vitrage coupe-feu comprenant des couches de matière intumescente espacées prises en sandwich entre des feuilles de matière vitreuse. L'invention concerne également des procédés de fabrication de tels vitrages.

De tels vitrages peuvent être utilisés dans la construction de murs ou de cloisons extérieurs et intérieurs de bâtiments. Ils comprennent des vitrages transparents, servant par exemple de fenêtres, et également des vitrages translucides et opaques qui peuvent être utilisés dans d'autres parties de murs ou de cloisons extérieurs ou intérieurs. 5

On peut classer les panneaux coupe-feu selon leur efficacité exprimée en durée pendant laquelle une face du panneau peut être exposée à un programme spécifique de chauffage, simulant un incendie, avant que la face opposée du panneau n'atteigne une température movenne déterminée ou avant que toute partie de cette face opposée n'atteigne une certaine température. Un test normalisé est établi dans la norme internationale ISO 834 (Essai de résistance au feu - Eléments de construction) et dans une norme belge correspondante NBN 713.020. Ce test est réalisé en montant le panneau dans une paroi d'un four dans lequel la température est augmentée suivant une formule déterminée et en mesurant le temps écoulé avant que se produise un des trois phénomènes suivants: a) le panneau cesse de fournir un écran aux flammes et aux fumées, b) la température moyenne de la face du panneau dirigée vers l'extérieur du four s'accroît de plus de 140°C par rapport à sa température initiale (ambiante), et c) la température de toute zone de cette face extérieure s'accroît de plus de 180°C.

Divers vitrages coupe-feu disponibles dans le commerce, comprenant une couche de matière intumescente prise en sandwich entre deux feuilles de verre, sont capables de résister à cet essai pendant environ 20 min. Si l'on ajoute des fibres de verre et du fil métallique à la couche de matière intumescente, les vitrages résisteront à l'essai pendant des durées plus longues.

Le brevet britannique Nº 1290699 (BASF) propose un vitrage coupe-feu comprenant trois feuilles de verre assujetties à des couches 30 intermédiaires de matière intumescente. Ces couches de matière intumescente sont capables de former des écrans thermiques primaire et secondaire dans le cas où un incendie se déclarerait d'un côté du vitrage. On a trouvé que l'efficacité d'un tel panneau en tant qu'écran coupe-feu tend à augmenter avec l'épaisseur de la feuille de 35 verre centrale. Cela résulte en partie de la meilleure capacité d'une feuille plus épaisse d'éviter un chauffage non uniforme de la couche de matière intumescente formant l'écran secondaire, qui est placée derrière cette feuille. Le brevet belge N° 892835 décrit de tels vitrages coupe-feu dans lesquels la feuille centrale de matière vitreuse est plus 40 épaisse que les feuilles externes et a une épaisseur de 6 mm au moins. Un tel vitrage peut avoir, pour un poids donné, une très haute performance selon le test de résistance au feu décrit ci-dessus. Si les feuilles externes sont identiques, et si les différentes couches de matière intumescente sont aussi identiques, le vitrage est également efficace, quelle que soit sa face dirigée vers l'incendie.

La présente invention comprend aussi l'utilisation d'au moins deux couches de matière intumescente, chacune étant prise en sandwich entre des feuilles de matière vitreuse, mais elle se distingue des constructions des vitrages coupe-feu antérieures comprenant ces élément par l'incorporation d'une paire de feuilles internes de matière vitreuse assujetties l'une à l'autre sans matière intumescente intermédiaire. De prime abord, la solidarisation l'une à l'autre d'une paire de feuilles de matière vitreuse sans matière intumescente intermédiaire doit impliquer une complication de fabrication sans avantage compensatoire, mais en fait des avantages considérables sont offerts. La production répétitive de vitrages répondant à certains critères de résistance au feu est en réalité simplifiée, de même que la production industrielle de vitrage coupe-feu compris dans une gamme de dimensions différentes répondant aux demandes changeantes du marché.

Ces avantages sont exploités dans des procédés de production qui font partie de la présente invention.

La présente invention fournit un vitrage coupe-feu comprenant au moins deux couches de matière intumescente espacées, chacune d'elles étant prise en sandwich entre des feuilles de matière vitreuse, caractérisé en ce que, entre au moins deux telles couches intumescentes, sont disposées des feuilles internes de matière vitreuse qui sont solidarisées sous forme feuilletée sans matière intumescente intermédiaire.

Un avantage de l'invention réside dans la création de nouvelles options dans le procédé de fabrication. Par exemple, si la matière intumescente à incorporer dans le vitrage est initialement appliquée sur des feuilles de matière vitreuse avant leur assemblage pour former le vitrage, ce qui est un procédé particulièrement satisfaisant, la quantité totale de matière intumescente peut être appliquée sur les feuilles de matière vitreuse de telle manière que chaque feuille soit 10 revêtue sur une de ses faces seulement. A l'assemblage, chaque couche de matière intumescente du vitrage se forme par deux de ces revêtements. En général, il est plus facile de former une couche de matière intumescente d'une certaine épaisseur par combinaison de revétements plus minces appliqués à différentes feuilles que de 15 former l'épaisseur entière de la couche sur une seule feuille. L'avantage est particulièrement évident lorsqu'on forme des couches épaisses de matière intumescente, par exemple des couches ayant une épaisseur de 0,8 mm au moins. Si une feuille de matière vitreuse unique devait être utilisée à la place des feuilles internes citées ciavant, il serait nécessaire, pour obtenir ce résultat, d'appliquer un revêtement de matière intumescente sur chaque face de cette feuille unique, et cela n'est vraiment pas facile à réaliser dans des conditions de production en série.

Un autre avantage de l'invention est qu'elle ouvre la voie à un nouveau procédé de fabrication selon lequel le vitrage est assemblé par combinaison de deux vitrages plus minces préformés comprenant chacun une couche de matière intumescente prise en sandwich entre deux feuilles de matière vitreuse. En assemblant par feuilletage une feuille de matière vitreuse d'un des vitrages plus minces à une feuille de matière vitreuse de l'autre vitrage plus mince, ces feuilles solidarisées sous forme feuilletée deviennent des feuilles internes d'un vitrage selon l'invention. Lesdits vitrages plus minces peuvent être des vitrages découpés d'un ou de plusieurs vitrages de même composition, mais de plus grande superficie. Il est beaucoup plus facile de couper de tels vitrages plus minces que de couper un vitrage plus épais formé par leur solidarisation l'un à l'autre.

Un autre avantage de l'invention est que, en raison de la présence de feuilles de matière vitreuse assemblées sous forme feuilletée entre deux couches de matière intumescente, on peut obtenir, sans avoir à utiliser une feuille de matière vitreuse particulièrement épaisse, une capacité substantielle d'absorption de la chaleur capable de réduire des inégalités de transfert de chaleur à différentes zones de la couche de matière intumescente qui est la plus éloignée de l'incendie. Les feuilles internes individuelles assemblées sous forme feuille- tée peuvent par exemple être d'une épaisseur convenant aux utilisations les plus courantes en matière de vitrage.

Dans certaines formes de réalisation de l'invention, les feuilles internes de matière vitreuse sont solidarisées sous forme feuilletée au moyen d'une matière plastique intermédiaire, par exemple du polyvinylbutyral, qui peut être utilisé sous la forme d'un ou de plusieurs films préformés. En variante, on peut utiliser du polyuréthanne ou du chlorure de polyvinyle. Au lieu d'utiliser une matière plastique, on peut utiliser une composition adhésive. L'emploi d'une couche de matière plastique est avantageux, entre autres parce qu'il confère au 55 vitrage une meilleure résistance au choc mécanique.

Il peut y avoir deux ou plusieurs feuilles internes de matière vitreuse assemblées sous forme feuilletée.

De préférence, l'épaisseur totale desdites feuilles internes de matière vitreuse solidarisées sous forme feuilletée est d'au moins 60 6 mm. Cette condition est souhaitable pour une atténuation substantielle des gradients de température et pour favoriser une température uniforme à l'intérieur et à la surface des feuilles internes.

De préférence, l'épaisseur totale des feuilles internes de matière vitreuse solidarisées sous forme feuilletée est supérieure à celle d'au 65 moins une feuille externe du vitrage. Au moment où un vitrage selon l'invention est exposé à un incendie sur un de ses côtés, l'épaisseur de la feuille de matière vitreuse qui est la plus éloignée de l'incendie n'est pas un facteur de première importance pour l'efficacité du

651 250

vitrage en tant que coupe-feu. Au moins une des feuilles externes du vitrage peut des lors être une feuille relativement mince, par exemple de l'épaisseur d'une vitre courante, de façon à ne pas alourdir inutilement le vitrage. De préférence, chacune des feuilles externes du vitrage est plus mince que l'épaisseur totale des feuilles internes solidarisées sous forme feuilletée. Si la feuille la plus proche de l'incendie se brise relativement tôt sous les effets combinés du choc thermique et des forces exercées par la couche de matière intumescente adjacente qui s'expanse, le vitrage peut néanmoins encore servir d'écran coupe-feu très efficace, puisque les feuilles internes de matière vitreuse, compte tenu de leur épaisseur totale, peuvent supprimer les gradients de température suffisamment rapidement pour éviter l'apparition de points chauds nuisibles sur la face du vitrage éloignée de l'incendie. Le ou les films de polyvinylbutyral ou d'autre tribuer à l'atténuation de gradients de température, ainsi qu'on l'a déjà mentionné. L'emploi de feuilles externes dont au moins une est plus mince que l'épaisseur totale des feuilles internes est dès lors compatible avec une haute performance du vitrage et est favorable à la réduction du poids total du vitrage. De préférence, l'épaisseur d'au moins une feuille externe est comprise entre 4,0 et 2,0 mm.

Dans des formes préférées de réalisation de l'invention, les feuilles externes du vitrage sont de même épaisseur. Cette caractéristique est avantageuse parce que chacune des feuilles externes peut être découpée dans le même plateau de verre plat. De plus, si les couches de 25 matière intumescente sont identiques en composition et en épaisseur, ainsi qu'on le préfère, le vitrage est alors entièrement symétrique et est également efficace, quelle que soit sa face exposée à l'incendie.

Il est avantageux que les feuilles externes et internes de matière vitreuse du panneau soient de même épaisseur. Cela signifie que si chacune des feuilles est considérée comme une unité d'épaisseur, l'épaisseur totale des feuilles internes est x unités, où x est le nombre de feuilles internes solidarisées sous forme feuilletée. L'emploi de feuilles de matière vitreuse de même épaisseur est très bénéfique au fabricant du vitrage pour des raisons de standardisation des composants et parce que cela simplifie l'automatisation de la manipulation des composants et des opérations d'assemblage. Cependant, des avantages compensatoires peuvent être obtenus en incorporant une feuille de matière vitreuse relativement épaisse entre les couches de matière intumescente. Les avantages comprennent une plus grande résistance au feu. Si une telle feuille relativement épaisse est prévue comme feuille médiane de trois feuilles internes solidarisées sous forme feuilletée, cet avantage peut être obtenu tout en réalisant l'avantage de pouvoir former le vitrage par assemblage sous forme feuilletée de deux vitrages préformés plus minces comprenant chacun une couche intermédiaire de matière intumescente. Dans certains vitrages selon l'invention, l'épaisseur de ladite feuille centrale est au moins 6 mm.

De très bonnes propriétés de résistance au feu peuvent être favorisées en conférant à chaque couche de matière intumescente une épaisseur de 1,2 mm au moins. De préférence, l'épaisseur totale des couches de matière intumescente est 3,5 mm au moins. L'épaisseur totale des couches de matière intumescente influence la durée de résistance au feu du vitrage avant qu'il ne cesse de satisfaire à certains critères des tests décrits ci-dessus.

De la matière intumescente préférée comprend des sels hydratés de métaux alcalins. Des exemples de sels de métaux alcalins que l'on peut utiliser sous forme hydratée sont l'aluminate de potassium, le plombate de potassium, le stannate de sodium, le stannate de potassium, le sulfate double de sodium et d'aluminium, le phosphate d'aluminium, le sulfate double de potassium et d'aluminium, le borate de sodium, le borate de potassium et les orthophosphates de sodium. De telles substances ont de très bonnes propriétés pour le but poursuivi. Elles sont dans de nombreux cas capables de former des couches transparentes qui adhèrent bien à la matière vitreuse.

Les silicates hydratés de métaux alcalins, par exemple le silicate de sodium, conviennent spécialement bien à la formation des couches de matière intumescente. Il convient spécialement que les

couches de matière intumescente soient des couches de silicate de sodium hydraté dans lequel le rapport en poids SiO<sub>2</sub>: Na<sub>2</sub>O est 3,1: ou 3,4:1 et contenant 30 à 35% en poids d'eau.

On peut former les couches de matière intumescente au moyen d'une solution aqueuse de matière intumescente que l'on peut appliquer pour former des couches sur les feuilles de matière vitreuse du vitrage ou sur des supports temporaires préalablement à leur transfert sur de telles feuilles de vitrage, et ensuite les sécher jusqu'à ce que leur teneur en eau ait atteint la valeur requise. On peut ensuite, au moyen de telles couches, solidariser l'une à l'autre les feuilles vitreuses entre lesquelles elles sont prises en sandwich, par exemple en soumettant de telles couches à des conditions de température et/ou

Les couches de matière intumescente peuvent en variante être matière de solidarisation entre les feuilles internes peuvent aussi con- 15 formées par ou à partir d'une matière intumescente sous forme intégralement ou partiellement granulaire, avec ou sans intervention de liant. Cela présente l'avantage d'éviter une étape de séchage ou de réduire le temps de séchage. Si on utilise un liant, il sera de préférence de l'eau ou une solution aqueuse de la matière intumescente. On peut aussi, au moyen de la matière incorporée sous forme granulaire ou partiellement granulaire, solidariser l'une à l'autre les feuilles de matière vitreuse entre lesquelles elle est prise en sandwich, par exemple en soumettant une telle matière à des conditions de température et/ou de pression.

> De l'information utile concernant la formation de couches de matière intumescente à partir de solution de matière intumescente ou à partir de matière intumescente sous forme granulaire avec ou sans liant et de l'information utile concernant des substances destinées à conférer aux feuilles de matière vitreuse un revêtement protecteur pour éviter leur altération par contact avec de la matière intumescente sont contenues dans les brevets britanniques Nos 1590837 et 2023452, dont les descriptions sont ci-incluses à titre de référence.

> L'entièreté du vitrage est de préférence mise sous forme feuilletée. Cela signifie qu'il est préférable que les feuilles externes de matière vitreuse soient solidarisées sous forme feuilletée aux feuilles internes de matière vitreuse au moyen de couches de matière intumescente. Cependant, des vitrages dont les feuilles externes de matière vitreuse sont maintenues en relation espacée vis-à-vis des feuilles internes de toute autre manière, par exemple par un châssis, entrent aussi dans le cadre de l'invention. Dans le dernier cas, la matière intumescente intermédiaire ne doit pas solidariser lesdites feuilles externes et internes les unes aux autres. Les couches de matière intumescente peuvent par exemple être des couches de grains intumescents.

Afin de réduire la possibilité que des feuilles de matière vitreuse se fissurent ou se fragmentent sous le choc thermique, il est préférable que la matière d'au moins une des feuilles de matière vitreuse (de préférence au moins une des feuilles internes) ait un coefficient E de dilatation thermique dans la gamme de températures de 0 à 400°C <sup>50</sup> de 7,5·10<sup>-6</sup> par °C au plus. De plus, il est avantageux que la

- matière d'au moins une des feuilles de matière vitreuse ait un point de ramollissement dilatométrique de 600°C au moins. Le point de ramollissement dilatométrique est la température (appelée la température 11,5) à laquelle la matière vitreuse a une viscosité de
- 10<sup>10,5</sup> Pa·s. Toute feuille dont la matière vitreuse satisfait à cette condition supplémentaire résiste raisonnablement à un affaissement suivant immédiatement l'apparition de fissures dans la feuille. Une ou lesdites propriétés de dilatation thermique et/ou de ramollissement sont de préférence présentées par au moins une des feuilles in-
- ternes de matière vitreuse solidarisées sous forme feuilletée. Lesdites propriétés sont particulièrement bénéfiques pour une feuille interne relativement épaisse, par exemple une feuille de 6 mm au moins d'épaisseur, qui peut constituer une des feuilles internes solidarisées sous forme feuilletée, par exemple la feuille médiane de trois feuilles

65 internes, d'un vitrage selon l'invention.

Les critères spécifiés ci-dessus de dilatation et de ramollissement peuvent être satisfaits en choisissant pour la ou les feuilles en question un verre borosilicate, une matière vitrocéramique ou vitro-

651 250

cristalline, un verre aluminosilicate ou un verre aluminoborosilicate. Ces matières sont les catégories préférées de matière vitreuse. Des exemples de compositions d'un verre aluminosilicate et de trois verres aluminoborosilicates qui ont été trouvées satisfaisantes sont les suivantes (% en poids):

SiO <sub>2</sub>	62,8	69,5	73,25	70
A1 <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8,4	4,0	6,2	10
$B_2O_3$	1,1	8,7	7,2	8
Na <sub>2</sub> O	11,7	9,3	8,1	8
BaO	2,4	5,5		
CaO		3,0	3,4	3
MgO	4,4		1,7	1
ZnO	8,2			
TiO <sub>2</sub>	0,6			
As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,4		0,15	_
11 · 5T (° C)	607	607	618	623
Ex10 <sup>-6</sup> (°C <sup>-1</sup> )	7,25	6,39	5,03	5,34

Dans certaines formes préférées de réalisation de l'invention, une ou plusieurs feuilles du vitrage, comprenant de préférence au moins une des feuilles internes solidarisées sous forme feuilletée, est constituée de verre trempé, spécialement de verre trempé chimiquement. Cela offre des avantages lorsque le vitrage doit être utilisé dans des situations où la résistance à la rupture du vitrage, préalable à la déclaration d'un incendie, revêt une importance particulière.

Un vitrage selon l'invention peut comprendre plus d'une feuille de matière vitreuse et/ou plus d'une couche de matière intumescente d'un ou de chaque côté des feuilles internes de matière vitreuse solidarisées sous forme feuilletée. Par exemple, d'un ou de chaque côté de telles feuilles internes, il peut y avoir deux feuilles vitreuses espacées et deux couches de matière intumescente, une de ces couches étant prise en sandwich entre ces deux feuilles et l'autre étant prise en sandwich entre une de ces feuilles et l'ensemble feuilleté interne.

L'invention comprend également des procédés de fabrication d'un vitrage coupe-feu selon l'invention telle que décrite ci-dessus.

Un premier procédé selon l'invention comprend une étape de formation de vitrages plus minces comprenant chacun une couche de matière intumescente prise en sandwich entre deux feuilles de matière vitreuse, suivie d'une étape d'assemblage de tels vitrages plus minces l'un à l'autre par solidarisation de feuilles de matière vitreuse exposées de ces vitrages, sous forme feuilletée, de telle manière que ces feuilles ainsi solidarisées deviennent des feuilles internes du vitrage plus épais résultant.

Ce procédé est très approprié dans la production en série de vitrages coupe-feu. Les vitrages plus minces qui sont éventuellement combinés pour former le produit final peuvent être entreposés pendant un certain temps avant de les utiliser comme composants dans la fabrication du produit plus épais. Si des vitrages plus minces sont produits selon trois spécifications différentes ou davantage, par exemple des vitrages plus minces qui diffèrent entre eux par l'épaisseur d'au moins une des feuilles de matière vitreuse qui les constituent ou par l'épaisseur de leurs couches de matière intumescente, différentes combinaisons de vitrages plus minces peuvent être sélectinnées pour former des produits finaux de différentes caractéristiques. Un avantage plus important, si les vitrages plus minces sont des vitrages feuilletés, réside dans la facilité relative de les couper à une dimension voulue, par exemple par rayage des feuilles de matière vitreuse et croquage des vitrages le long des lignes de rayage. Pour couper le produit final, le recours au sciage serait probablement nécessaire.

Les vitrages plus minces sont de préférence solidarisés l'un à l'autre au moyen d'une ou de plusieurs couches de liaison intermédiaires de matière plastique, telles qu'un ou plusieurs films de polyvinylbutyral. En variante, on peut utiliser une composition adhésive

appropriée. Lesdits vitrages plus minces peuvent être solidarisés sous forme feuilletée directement l'un à l'autre au moyen d'un seul tel film plastique. En variante, ils peuvent être solidarisés sous forme feuilletée indirectement l'un à l'autre; par exemple, ils peuvent être solidarisés aux faces opposées d'une feuille intermédiaire de matière vitreuse au moyen de deux films de matière plastique.

Le premier procédé selon l'invention peut être mis en œuvre en formant d'abord une paire de composants de vitrage chacun sous la forme d'un sous-ensemble feuilleté comprenant des feuilles de matière vitreuse solidarisées l'une à l'autre sous forme feuilletée au moyen d'une couche intermédiaire de matière intumescente, et en solidarisant ensuite sous forme feuilletée ces composants de vitrages l'un à l'autre pour former un vitrage coupe-feu entièrement feuilleté.

Lorsqu'on solidarise l'une à l'autre des feuilles de matière vi-15 treuse au moyen d'une couche intermédiaire de matière intumescente, il est avantageux de soumettre le sandwich comprenant les feuilles de matière vitreuse et la couche intermédiaire de matière intumescente à des conditions de température et de pression, comprenant des conditions temporaires de pression inférieures à la pression 20 atmosphérique, de manière que l'espace entre les feuilles vitreuses soit soumis à des forces d'aspiration agissant à la périphérie de l'ensemble avant que l'ensemble ne soit soumis à une pression provoquant la solidarisation définitive des feuilles de matière vitreuse l'une à l'autre au moyen de la couche de matière intumescente. Un tel procédé permet d'obtenir une bonne liaison entre les feuilles plus facilement et plus sûrement en raison, ou partiellement en raison, de l'élimination d'air, et dans certains cas d'excès d'eau et/ou de solvant d'entre les feuilles avant leur solidarisation définitive. De préférence, le procédé comprend deux étapes dans la première desquelles (ciaprès appelée étape de solidarisation préliminaire) on soumet l'espace intermédiaire entre les feuilles à des forces d'aspiration et l'on fait adhérer la matière intumescente aux feuilles, mais sans atteindre la solidarisation définitive, et dans la seconde desquelles (ciaprès appelée étape de solidarisation définitive) le sandwich est chauffé à une température plus élevée et/ou soumis à une pression plus forte pour obtenir la solidarisation définitive voulue. Le sandwich n'est à aucun moment chauffé à un point tel que, à la pression régnante, la matière intumescente commence à s'expanser. On peut utiliser un tel procédé dans des cas où la matière de la couche intumescente est entièrement ou partiellement sous forme granulaire avant l'étape de solidarisation, aussi bien que dans des cas où la couche intumescente a été formée par séchage d'une solution de matière intumescente.

La solidarisation des feuilles de matière vitreuse par un procédé comprenant une étape préliminaire telle que citée ci-dessus est décrite dans les brevets britanniques Nos 1590837 et 2023452 cités ci-dessus, et des programmes appropriés de température et de pression pour l'étape de solidarisation préliminaire sont décrits dans le texte se référant à la fig. 2 des dessins qui leur sont annexés.

La formation d'un vitrage coupe-feu complet par solidarisation l'un à l'autre sous forme feuilletée de deux composants préformés, comprenant chacun une couche de matière intumescente prise en sandwich entre des feuilles de matière vitreuse, peut également être effectuée par un procédé de solidarisation en deux étapes du type décrit ci-dessus, l'application de forces d'aspiration à l'espace ou aux espaces occupés par la ou les couches de liaison entre les sous-ensembles feuilletés étant effectuée pendant la première étape. La solidarisation des feuilles de matière vitreuse au moyen d'une matière thermoplastique, utilisant un tel procédé, est décrite dans le brevet britannique N° 1368785, que l'on inclut également ici à titre de référence.

Lorsqu'on met en œuvre un tel premier procédé selon l'invention, les différentes étapes de solidarisation peuvent être effectuées suivant différentes séquences. Dans une forme de réalisation d'un tel 65 premier procédé, les feuilles des composants individuels du vitrage sont solidarisées définitivement l'une à l'autre par les couches respectives de matière intumescente et les ensembles feuilletés résultants sont ensuite solidarisés l'un à l'autre pour former le vitrage final, par **651 250** 6

exemple au moyen d'un procédé de solidarisation en deux étapes avec application de forces d'aspiration pendant l'étape préliminaire, tel que décrit ci-dessus.

Dans une seconde forme de réalisation dudit premier procédé, les feuilles de matière vitreuse de chacun des composants individuels du 5 vitrage sont solidarisées au moyen de la couche intermédiaire de matière intumescente par une étape de solidarisation préliminaire telle que décrite ci-dessus (par exemple une étape de solidarisation préliminaire telle que décrite dans le brevet britannique Nº 1590837 ou dans le brevet britannique Nº 2023452), ces composants de vitrage sont ensuite solidarisés l'un à l'autre sous forme feuilletée au moyen d'une ou de plusieurs couches de matière thermoplastique ou adhésive par une étape de solidarisation préliminaire telle que décrite ci-dessus (par exemple une étape de solidarisation préliminaire telle que décrite dans le brevet britannique Nº 1368785), et l'ensemble feuilleté résultant est ensuite soumis à des conditions de solidarisation finale de température et de pression pour provoquer simultanément la solidarisation définitive des feuilles de composants du vitrage au moyen des couches de matière intumescente, et la solidarisation définitive de ces composants entre eux au moyen de la ou 20 des couches intermédiaires de matière thermoplastique ou adhésive. Ces conditions de solidarisation finale peuvent par exemple comprendre le chauffage de l'ensemble feuilleté à une température de 135°C tandis que l'ensemble feuilleté est soumis à une pression supérieure à la pression atmosphérique, par exemple une pression de

Un second procédé selon l'invention comprend les étapes d'assemblage de toutes les feuilles et de toutes les couches constituantes qui formeront le vitrage et de soumettre la totalité de l'assemblage à des conditions de solidarisation pour faire solidariser sous forme feuilletée les feuilles internes, entre les couches de matière intumescente, et pour faire solidariser les feuilles externes à l'ensemble feuilleté intermédiaire au moyen des couches de matière intumescente. Dans la mise en œuvre de ce second procédé, la solidarisation des feuilles est de préférence effectuée par un procédé en deux étapes comprenant des étapes de solidarisation préliminaire et définitive, avec application dans la première étape de forces d'aspiration sur les espaces contenant les couches de matière intumescente et le ou les espaces entre les feuilles internes contenant la matière de liaison. En termes généraux il convient, pendant ladite première étape, d'exposer l'assemblage constitué des feuilles et des couches, dans une enceinte dans laquelle celui-ci est chauffé, à une pression ambiante qui est réduite à moins de 26664,4 Pa, et de préférence comprise entre 2666,44 et 9332,54 Pa; de réduire la pression dans un tube, qui est en communication étanche avec la périphérie de l'assemblage à moins de 2666,44 Pa; et ensuite d'augmenter la pression ambiante et la pression dans le tube périphérique de telle sorte que la pression ambiante atteigne la pression atmosphérique juste avant que la température de l'assemblage réatteigne 55°C, et que la pression dans le tube périphérique atteigne la pression atmosphérique avant que la température de l'assemblage n'atteigne 85°C, et de préférence avant que cette température n'atteigne 80°C si l'on utilise du polyvinylbutyral, ainsi qu'on le préfère, comme milieu de liaison entre les feuilles internes. Dans la seconde étape, c'est-à-dire l'étape de solidarisation définitive, dans laquelle l'ensemble feuilleté résultant de l'étape de solidarisation préliminaire est soumis à des conditions de solidarisation définitive, ledit ensemble feuilleté peut par exemple être chauffé à une température de 135°C tandis qu'il est soumis à une pression de 1,27 MPa par exemple.

Des vitrages selon l'invention et ayant une ou plusieurs des caractéristiques facultatives avantageuses décrites ci-dessus peuvent être produits au moyen d'un tel procédé selon l'invention.

Avantageusement, lorsqu'on utilise un des procédés de fabrication décrits ci-dessus, une ou chaque couche de matière intumescente prise en sandwich entre deux feuilles vitreuses est formée par revêtement d'une face de chacune de ces deux feuilles au moyen de matière intumescente suivi de l'assemblage de ces feuilles, de manière que les revêtements se superposent et forment ensemble la couche de matière intumescente prête pour la solidarisation des feuilles l'une à l'autre. De préférence, chaque couche de matière intumescente est formée de cette manière par combinaison de deux revêtements.

Cette façon de former des couches de matière intumescente d'épaisseur voulue est particulièrement bénéfique lors de la production en série de vitrages coupe-feu et facilite des opérations d'assemblage automatiques et semi-automatiques. En effet, il n'est pas nécessaire qu'une couche de matière intumescente de l'épaisseur finale désirée dans le vitrage soit formée par revêtement d'une seule surface. De plus, du fait qu'il y a plus d'une feuille de matière vitreuse entre les couches de matière intumescente, la formation de chacune des couches de matière intumescente par deux revêtements, ainsi qu'on l'a décrit ci-dessus, ne nécessite pas la préenduction des deux faces d'une même feuille de matière vitreuse par de la matière 15 intumescente. Le revêtement des deux faces d'une même feuille par de la matière intumescente pose des problèmes si l'on doit former des revêtements uniformes de bonne qualité, parce qu'il est difficile de manipuler la feuille pendant et après le dépôt des revêtements sans endommager ceux-ci.

Dans un procédé de fabrication de couches de matière intumescente d'une épaisseur donnée tel qu'on vient de le décrire, il est préférable que les revêtements intumescents déposés sur les feuilles de matière vitreuse soient de la même épaisseur, parce que cette condition permet la formation de tous les revêtements par une technique standardisée unique.

Il est particulièrement avantageux d'employer un procédé de fabrication de vitrage dans lequel deux vitrages plus minces sont produits et ensuite combinés de la manière décrite ci-dessus, et dans lequel chacun des vitrages plus minces est formé par revêtement 30 d'une face de chacune des deux feuilles de matière vitreuse constituantes au moyen de matière intumescente, suivi de la solidarisation l'une à l'autre des feuilles revêtues, avec mise en contact de leurs revêtements intumescents.

Les feuilles de matière vitreuse utilisées dans la mise en œuvre de la présente invention, ou l'une d'entre elles, peuvent être des feuilles de verre, de matière vitrocéramique ou vitrocristalline. Les feuilles constituantes d'un vitrage donné peuvent être de différentes matières vitreuses. De préférence, toutes les feuilles sont constituées de verre. De préférence, une ou plusieurs des feuilles de matière vitreuse et de préférence au moins les feuilles de matière vitreuse internes sont constituées de verre borosilicate, d'une matière vitrocéramique ou vitrocristalline, ou de verre aluminosilicate ou aluminoborosilicate.

Certaines formes de réalisation de l'invention seront maintenant décrites à titre d'exemple en se référant aux dessins schématiques <sup>45</sup> annexés, comprenant les fig. 1 à 3 qui sont des coupes transversales de trois vitrages selon l'invention.

Le vitrage représenté à la fig. 1 comprend quatre feuilles de matière vitreuse 1, 2, 3, 4 de 3 mm d'épaisseur chacune, et deux couches 5, 6 de matière intumescente de 3,6 mm d'épaisseur-50 chacune. Les feuilles de matière vitreuse 2 et 3 sont solidarisées l'une à l'autre au moyen d'un film 7 de polyvinylbutyral qui peut par exemple avoir une épaisseur de 0,38 mm. Le vitrage est entièrement symétrique autour de cette couche de liaison. Si, après avoir installé ce vitrage, il se déclare, d'un côté de celui-ci, un incendie d'intensité  $^{55}\,$  suffisante pour faire réagir le vitrage, la feuille externe du vitrage l ou 4 qui est la plus proche de l'incendie se rompra la première sous l'effet combiné du choc thermique et des forces exercées par l'expansion de la matière intumescente dans la couche adjacente (primaire) intumescente. La plus proche des deux feuilles internes de matière 60 vitreuse se brisera ensuite. Pendant ce temps, la température de l'autre feuille externe de matière vitreuse, qui est la plus éloignée du feu, augmentera. Le temps qui s'écoule avant que la température moyenne de la face extérieure de cette feuille externe ou la température de toute zone de cette face n'atteigne un niveau donné est in-65 fluencé par les épaisseurs combinées des feuilles 2 et 3 de matière vi-

<sup>5</sup> fluencé par les épaisseurs combinées des feuilles 2 et 3 de matière vitreuse, et aussi dans une certaine mesure par la couche de matière plastique 7 elle-même. Evidemment, à un certain moment cette couche de matière plastique ramollira et sera détruite, mais pendant

651 250

les premiers temps de l'exposition du vitrage au feu, la couche de matière plastique aide dans une certaine mesure à favoriser un chauffage uniforme de la seconde couche de matière intumescente et de la feuille de matière vitreuse qui est la plus éloignée du feu.

On a trouvé que, lorsqu'on soumet un vitrage tel que décrit en se référant à la fig. 1 et comprenant comme matière intumescente du silicate de sodium hydraté ayant un rapport pondéral SiO2: Na2O de 3,3:1 ou 3,4:1 et une teneur en eau de 30 à 35% en poids, au test selon la norme internationale ISO 834, celui-ci résiste à ce test pendant plus de 60 min. Les feuilles de matière vitreuse de ce vitrage 10 gauche du vitrage dans la fig. 2, le vitrage résiste à ce test pendant sont des feuilles non trempées de verre sodocalcique ordinaire.

Dans une version modifiée du vitrage décrit en se référant à la fig. 1, on a utilisé pour la fabrication du vitrage des feuilles de verre trempées.

Dans une autre version modifiée du vitrage décrit en se référant à la fig. 1, les couches 5, 6 de matière intumescente ont chacune une épaisseur de 1,5 mm. On a trouvé que ce vitrage, soumis au test selon la norme internationale, résiste à cet essai pendant plus de 30 min.

Le vitrage représenté à la fig. 2 comprend cinq feuilles de matière vitreuse 8-12 ayant chacune une épaisseur de 3 mm. Les feuilles de verre 9 et 10 sont assemblées l'une à l'autre sous forme feuilletée au moyen d'une couche de liaison intercalaire 13 formée par un film de polyvinylbutyral de 0,38 mm d'épaissseur. L'ensemble feuilleté

interne est solidarisé à des feuilles externes de verre 8 et 11 au moyen de couches intermédiaires 14, 15 de silicate de sodium hydraté tel qu'on l'utilise dans le vitrage de la fig. 1, ces couches ayant chacune une épaisseur de 1,8 mm. La feuille de verre 11 est solidarisée à une feuille externe de verre 12 au moyen d'une autre couche 16 de silicate de sodium hydraté. Cette troisième couche de matière intumescente a la même composition que les couches 14, 15 et a de même une épaisseur de 1,8 mm. Lorsque ce vitrage est soumis au test selon la norme internationale cité ci-dessus, l'incendie étant situé du côté plus de 30 min. La température de la face droite du vitrage atteint  $180^{\circ}\text{C}$  au-dessus de sa température ambiante initiale en 52 min.

Le vitrage représenté à la fig. 3 comprend cinq feuilles de verre 17-21. Chacune des feuilles 17, 18, 20 et 21 a 3 mm d'épaisseur. La feuille de verre 19 a 8 mm d'épaisseur. Les feuilles de verre 18, 19 et 20 sont solidarisées l'une à l'autre sous forme feuilletée au moyen de couches de liaison 22, 23 formées chacune d'un film de polyvinylbutyral de 0,38 mm d'épaisseur. L'ensemble feuilleté interne comprenant les feuilles de verre 18, 19 et 20 est solidarisé sous forme feuilletée à des feuilles externes de verre 17 et 21 au moyen de couches 24, 25 de matière intumescente. Chacune de ces couches est composée de silicate de sodium hydraté de la même composition que celle utilisée dans les vitrages des fig. 1 et 2, mais leur épaisseur est de 3,6 mm. Lorsque ce vitrage est soumis au test selon la norme internationale 25 cité ci-dessus, il résiste à celui-ci pendant plus de 90 min.

