

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété

Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
2 juillet 2009 (02.07.2009)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2009/081077 A2

(51) Classification internationale des brevets : **Non classée**

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/FR2008/052397

(22) Date de dépôt international :

22 décembre 2008 (22.12.2008)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :

0760130 20 décembre 2007 (20.12.2007) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :
SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE [FR/FR]; 18 avenue d'Alsace, F-92400 Courbevoie (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **PIRES, Isabelle** [FR/FR]; 9 rue du Colonel Fabien, F-60150 Thourotte (FR). **GOUY, Aurélien** [FR/FR]; 4 Allée du Buisson, Appartement 7, F-60150 Le Plessis Brion (FR).

BERNHEIM, Isabelle [FR/FR]; 62 rue Nollet, F-75017 Paris (FR).

(74) Mandataire : **SAINT-GOBAIN RECHERCHE**; 39 Quai Lucien Lefranc, F-93300 Aubervilliers (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: DECORATIVE GLAZING

(54) Titre : VITRAGE DECORATIF

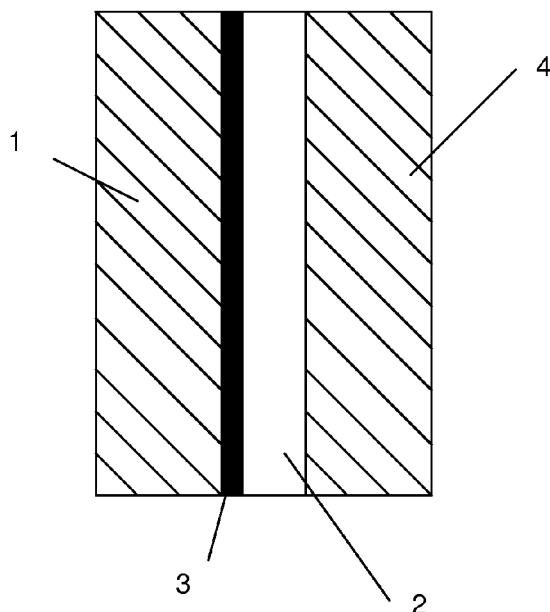


Fig.1

(57) Abstract: The subject of the invention is laminated glazing comprising at least two glass sheets (1, 4) and at least one polymeric interlayer (2) made of polyvinyl butyral and binding said glass sheets together. The glazing is characterized in that at least one lacquer layer (3) is placed between the at least two glass sheets (1, 4).

[Suite sur la page suivante]

WO 2009/081077 A2



ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— *sans rapport de recherche internationale, sera republiée dès réception de ce rapport*

(57) Abrégé : L'invention a pour objet un vitrage feuilleté comprenant au moins deux feuilles de verre (1, 4) et au moins une feuille intercalaire polymère (2) constituée de polyvinylbutyral et assurant une liaison entre lesdites feuilles de verre. Le vitrage est caractérisé en ce qu'au moins une couche de laque (3) est disposée entre les au moins deux feuilles de verre (1, 4).

VITRAGE DECORATIF

La présente invention se rapporte à un vitrage décoratif, en particulier
5 destiné à être utilisé en cloison, vitrage d'ameublement, porte, couvercle de
luminaires, plafond, revêtement de murs, garde-corps, marche d'escalier, porte
de douche...

Il est connu de déposer des couches de laque sur des feuilles de verre
dans un but décoratif. Une laque est un revêtement non transparent, qui peut
10 être translucide, mais qui est généralement opaque, et qui comprend au moins
une résine polymérique, au moins un pigment, et généralement des charges
minérales. La résine polymérique sert à lier les pigments et les charges
minérales, tandis que les pigments ont pour but de conférer la couleur et
l'opacité désirées. Le verre laqué ainsi produit peut être fixé sur des parois, par
15 exemple à l'aide d'adhésifs. Pour des raisons tenant tout à la fois à l'esthétique,
la durabilité, la rayabilité et à la sécurité, ces vitrages ne peuvent toutefois pas
être employés en tant que tels comme cloisons ou portes.

Il est également possible de recouvrir des cloisons en verre à l'aide de
films décoratifs. L'aspect esthétique et la durabilité sont toutefois moins
20 satisfaisants. La mise en œuvre, en particulier le dépôt du film, pose également
des difficultés, surtout en cas de grandes surfaces.

La demande GB 463,586 décrit divers vitrages décoratifs comprenant
deux feuilles de verre et divers décors imprimés soit sur le verre soit sur des
membranes ou tissus disposés entre les deux feuilles de verre. Ces vitrages ne
25 sont toutefois pas susceptibles de répondre aux normes actuelles en termes de
sécurité, notamment en termes de résistance au choc et aux impacts.
L'adhésion entre les différents éléments n'est pas non plus optimisée, ce qui
entraîne des problèmes de durabilité dans le temps. Les procédés de
fabrication sont en outre complexes et coûteux.

30 Afin d'obvier à ces inconvénients, l'invention a pour objet un vitrage
feuilleté comprenant au moins deux feuilles de verre et au moins une feuille
intercalaire polymère constituée de polyvinylbutyral et assurant une liaison
entre lesdites feuilles de verre, caractérisé en ce qu'au moins une couche de
laque est disposée entre les au moins deux feuilles de verre.

L'invention a également pour objet un procédé d'obtention d'un vitrage selon l'invention, comprenant les étapes consistant à placer au moins une feuille intercalaire polymère constituée de polyvinylbutyral entre au moins une feuille de verre préalablement revêtue d'une couche de laque et au moins une
5 autre feuille de verre, puis à soumettre l'ensemble à un traitement thermique sous pression afin d'assurer la liaison entre lesdites feuilles de verre.

Il s'est révélé que de tels assemblages permettaient de résoudre les problèmes susmentionnés : les vitrages obtenus répondent aux normes en vigueur en termes de résistance au choc et à l'impact et de durabilité. Ils
10 répondent en particulier aux exigences de la norme EN 14449 :2005 qui définit la conformité des verres feuilletés et sont classifiés 2B2 au sens de la norme EN 12600, qui définit la résistance au choc des vitrages. Grâce à ces classifications, les vitrages décoratifs selon l'invention sont aptes à être utilisés comme cloisons, contrairement aux vitrages de l'art antérieur. Ce point est
15 particulièrement surprenant car, si les verres laqués d'une part, et les verres feuilletés d'autre part, étaient bien connus depuis de nombreuses années, nul n'avait imaginé qu'il était possible de feuilletter du verre laqué à l'aide de feuilles de PVB et donc de résoudre de manière peu coûteuse les problèmes liés à la sécurité et à l'esthétique.

20 La ou chaque couche de laque est avantageusement en contact avec la ou chaque feuille intercalaire polymère. La ou chaque couche de laque est de préférence déposée en contact avec une feuille de verre.

La ou chaque couche de laque est de préférence opaque et la ou chaque feuille intercalaire polymère est de préférence transparente.

25 Le vitrage selon l'invention est de préférence constitué de deux feuilles de verre, d'une couche de laque déposée sur une première feuille de verre, et d'une feuille intercalaire polymère en contact avec ladite couche de laque et assurant la liaison entre ladite première feuille de verre et une seconde feuille de verre.

30 D'autres arrangements sont toutefois possibles, par exemple comprenant trois feuilles de verre, deux feuilles intercalaires polymères étant disposées afin d'assurer la liaison entre les trois feuilles de verre, une couche de laque étant disposée sur une des feuilles de verre, en contact avec une des feuilles intercalaires. Le vitrage selon l'invention peut aussi être constitué de

deux feuilles de verres recouvertes chacune d'une couche de laque et d'une feuille intercalaire polymère située entre ces feuilles de verre laqué, ce qui permet d'obtenir deux aspects esthétique différents selon le côté de la cloison.

Quelque soit l'arrangement choisi, il importe en tout cas que la couche
5 de laque soit comprise au sein du vitrage, donc ne soit pas en contact avec l'extérieur, et que le vitrage soit feuilleté, au sens où les diverses feuilles de verre formant le vitrage sont liées entre elles par une feuille intercalaire polymère en PVB. Les problèmes d'esthétique, de durabilité, de rayabilité et de sécurité sont ainsi résolus.

10 Dans la suite du texte, on entend par face interne une face d'une feuille de verre faisant face à une autre feuille de verre du vitrage, et par face externe une face située à l'extérieur du vitrage, donc en contact avec l'air ambiant.

La ou chaque feuille intercalaire polymère est de préférence souple afin de faciliter la fabrication du vitrage selon l'invention et de pouvoir répondre
15 aux exigences habituelles en termes de résistance au choc et à l'impact.

La ou chaque feuille intercalaire polymère est constituée de polyvinylbutyral (PVB), qui présente toute une série d'avantages. Le PVB présente un indice de réfraction proche de celui du verre silico-sodo-calcique couramment employé pour la réalisation de vitrages, de sorte que la feuille
20 intercalaire est invisible ou quasiment invisible et ne cache pas la couche de laque. Il est ainsi possible de voir la couche de laque des deux côtés du vitrage. Le PVB permet en outre d'absorber très efficacement les chocs et de retenir les fragments de verre en cas de bris du vitrage. Dans certains cas, comme expliqué dans la suite du texte, le PVB peut également conférer des propriétés
25 d'isolation acoustique.

La ou chaque feuille intercalaire polymère présente de préférence une épaisseur comprise entre 0,1 et 10 mm, en particulier entre 0,38 et 2,28 mm, notamment entre 0,38 et 0,76 mm, l'épaisseur ayant une influence sur la résistance aux chocs. Il est possible d'obtenir une épaisseur de feuille
30 intercalaire de 0,76 mm d'épaisseur en superposant deux feuilles de 0,38 mm chacune.

La ou chaque feuille intercalaire peut présenter des propriétés d'isolement acoustique améliorées, notamment de protection vis-à-vis des bruits solidiens et/ou aérodynamiques. Elle peut à cet égard être choisie pour

respecter les critères définis dans l'une ou plusieurs des demandes EP 0 100 701, EP 0 844 075 ou EP 0 387 148. Selon la demande EP 0 100 701, la feuille intercalaire est choisie tel qu'un barreau de 9 cm de longueur et de 3 cm de largeur, constitué d'un verre feuilleté comprenant deux feuilles de verre de 4 mm d'épaisseur réunies par une feuille intercalaire de 2 mm ait une fréquence critique qui diffère au plus de 35 % de celle d'un barreau de verre ayant la même longueur, la même largeur et 4 mm d'épaisseur. La feuille intercalaire selon la demande EP 0 844 075 possède un facteur de perte $\tan \delta$ supérieur à 0,6 et un module de cisaillement G' inférieur à $2 \cdot 10^7$ N/cm², dans un domaine de température compris entre 10 et 60°C et un domaine de fréquence compris entre 50 et 10 000 Hz. La feuille intercalaire selon la demande EP 0 387 148 présente un amortissement à la flexion $\nu = \Delta f / f_c$ supérieur à 0,15, la mesure étant effectuée en excitant par un choc un barreau de 9 cm de longueur et 3 cm de largeur fait d'un verre feuilleté où la feuille intercalaire est entre deux verres épais chacun de 4 mm, et en mesurant la fréquence de résonance du premier mode f_c et la largeur du pic Δf à une amplitude $A/\sqrt{2}$ où A est l'amplitude maximum à la fréquence f_c de telle sorte que son indice d'affaiblissement acoustique ne se différencie pour aucune des fréquences supérieures à 800 hertz de plus de 5 décibels d'un indice de référence augmentant de 9 dB par octave jusqu'à 2000 Hz et de 3 dB par octave aux fréquences supérieures.

La ou chaque feuille intercalaire est de préférence transparente ou translucide, en tout cas non opaque. Une feuille intercalaire transparente est préférée car elle permet de profiter pleinement de l'aspect de la laque. La feuille intercalaire peut être incolore ou colorée (par exemple en bleu, rouge, vert, gris, etc.). Elle peut également être imprimée, par exemple de motifs colorés opaques ou translucides, pour reproduire un décor, qui va se superposer au décor créé par la couche de laque.

Un assemblage préféré consiste à utiliser deux feuilles intercalaires polymère en PVB, entre lesquelles est insérée au moins une feuille polymère (notamment en polyéthylène téréphtalate, ou PET) sur laquelle un décor est reproduit par impression. L'aspect tridimensionnel présenté par ce type d'assemblage le rend particulièrement attrayant.

Une caractéristique importante de la laque est sa faculté à présenter une bonne adhésion avec la feuille intercalaire polymère. Les inventeurs ont pu

mettre en évidence que l'adhésion devait être suffisamment élevée pour éviter toute délamination, mais pas trop élevée pour que le vitrage puisse convenablement absorber les chocs.

5 A cet effet, il est préférable que la couche de laque présente au moins en sa surface des fonctions chimiques susceptibles de réagir chimiquement avec les fonctions hydroxyles et/ou carbonyles. De préférence, la couche de laque présente donc en surface des fonctions de même type, c'est-à-dire hydroxyles et/ou carbonyles.

10 La quantité de groupements hydroxyles en surface est notamment un paramètre susceptible d'influencer cette adhésion. Ainsi, une laque préférée est telle que, par mesure en spectrométrie infrarouge de type ATR (réflexion totale atténuée), le rapport entre les aires des bandes d'absorption liées aux groupements hydroxyles et les aires des bandes d'absorption liées aux groupements alkyles ou alcanes soit supérieur ou égal à 0,4, notamment 0,5 ou
15 0,6. Une telle laque permet d'optimiser l'adhésion avec la feuille intercalaire en PVB, et en particulier d'obtenir une durabilité très élevée.

La tension de surface de la laque est également un paramètre important. Pour obtenir une adhésion optimale entre la laque et la feuille intercalaire polymère en PVB, la couche de laque présente de préférence une
20 tension de surface comprise entre 30 et 70 N/mm², notamment entre 32 et 50 N/mm². La tension de surface peut être mesurée à l'aide d'encres de test commercialisées par la société Plasmatrete GmbH.

L'angle de contact d'une goutte d'un plastifiant de ladite feuille intercalaire polymère (notamment le tri-éthylène glycol di(2-éthyl hexanoate))
25 déposée sur la laque est de préférence inférieur ou égal à 30°.

La rugosité de la laque s'est aussi révélée être un facteur influençant l'adhésion, mais de moindre importance par rapport à la présence de fonctions chimiques précitées ou à la tension de surface. La laque présente donc de préférence une rugosité R_z au sens de la norme NF EN ISO 4287 :1998
30 comprise entre 10 et 90 micromètres, notamment entre 45 et 70 micromètres. Les paramètres de mesure sont définis dans la norme NF EN ISO 4288 :1998.

La laque du vitrage selon l'invention comprend, comme toute laque, un liant à base de résine synthétique, de nature polymérique.

Le liant est de préférence à base de résine acrylique, notamment réticulée avec de la mélamine et/ou un isocyanate. Un tel liant présente en effet une bonne adhésion avec la feuille intercalaire polymère en PVB, en particulier grâce aux fonctions carbonyle et/ou hydroxyles encore disponibles en surface après cuisson de la laque. La résine acrylique présente également une très
5 bonne résistance à l'hydrolyse.

Le liant peut également être une résine polyuréthane, obtenue par réticulation, par un isocyanate ou un polyisocyanate, de résines hydroxylées, notamment des résines polyesters ou polyéthers, ou de préférence des résines
10 acryliques (ou polyacrylates), lesquelles présentent une résistance aux rayonnements ultraviolets élevée. Cette combinaison particulière permet notamment d'obtenir de faibles perméabilités à l'eau, de bonnes propriétés mécaniques (par exemple en termes de résistance à la rayure), et une résistance élevée au rayonnement ultraviolet.

15 Le liant de la laque du vitrage selon l'invention peut également contenir ou être à base de résine(s) alkyde(s), obtenues par réaction chimique entre au moins un polyol, au moins un polyacide et au moins un acide gras ou une huile. Ces alkydes sont de préférence courts en huile, c'est-à-dire que la teneur pondérale en huile ou acide gras dans la résine est de préférence inférieure ou
20 égale à 40%. Les polyols peuvent être par exemple des composés du glycérol ou du pentaéritrithol. Les polyacides peuvent être à base d'anhydride phtalique. Les huiles peuvent être siccatives (telles que l'huile de lin, de bois ou de chine), semi-siccatives (telles que l'huile de soja, de tall, de carthame ou de ricin déshydraté), ou encore non siccatives (comme l'huile de coprah ou de ricin).
25 Afin d'améliorer leurs propriétés de résistance à l'eau, les liants alkydes peuvent également être modifiés par des monomères tels que le styrène, le vinyltoluène ou des acrylates ou par des résines phénoliques ou époxydiques. Des résines alkydes aminoplastes réticulant sous l'effet de la chaleur sont des liants particulièrement avantageux de la laque du revêtement selon l'invention.
30 Le réticulant aminoplaste est de préférence une résine urée-formol ou mélamine-formol, qui confèrent une bonne résistance à l'eau, notamment lorsqu'elles sont apportées à raison de 20 à 30% en masse par rapport au liant alkyde sec.

La laque peut également comprendre un liant à base de résine acrylique thermodurcissable, par exemple obtenue par réticulation d'une résine acrylique carboxylée par une résine époxydique, formo-phénolique ou mélamine-formol ou un isocyanate, d'une résine acrylique à fonction carboxamide par un liant époxydique ou alkyde, ou encore d'une résine acrylique à fonction époxydique par des acides ou des polyamines.

La laque présente de préférence une perméabilité à l'eau à 25°C, exprimée en $\text{cm}^3 \cdot \text{cm} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ inférieure à 10^{-6} , voire inférieure à $5 \cdot 10^{-7}$, et notamment inférieure à 10^{-7} .

Cette imperméabilité à l'eau permet à l'assemblage d'être plus durable en évitant la migration des plastifiants du PVB à la surface du verre qui peut occasionner des décollements de laque. En outre, le PVB a la particularité d'absorber l'eau ; en milieu humide (par exemple en salle de bains), l'eau contenue dans le PVB peut conduire à un décollement au niveau des bords si la perméabilité à l'eau de la laque est trop élevée.

Pour assurer une parfaite adhésion et une tenue mécanique, notamment une résistance au cisaillement, sur de longues durées, il est même préférable que la laque présente une perméabilité à l'eau à 25°C inférieure à 10^{-8} , voire 10^{-9} , et même $10^{-10} \text{ cm}^3 \cdot \text{cm} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$. Les vitrages selon l'invention étant dans certains cas destinés à être posés dans des lieux dont l'ambiance est humide (par exemple en salle de bains), il est même préférable que la perméabilité à l'eau de la laque soit inférieure à 10^{-11} , voire 10^{-12} , et même $10^{-13} \text{ cm}^3 \cdot \text{cm} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$.

La perméabilité à l'eau est définie comme le produit de la quantité de vapeur d'eau diffusant à travers un matériau (en cm^3) par l'épaisseur de matériau (en cm) rapportée au produit de la surface exposée (en cm^2) par le temps d'exposition (en secondes) et par la différence de pression (en Pascal) entre les deux faces du matériau. Elle peut être mesurée par exemple par mesure de la prise de masse d'un film de laque après exposition dans une étuve climatique dont le degré d'humidité est contrôlé.

Cette grandeur, dans le cas d'un polymère, dépend au premier ordre de la nature chimique du polymère, puis de sa morphologie, laquelle dépend par exemple du taux de réticulation (via par exemple le taux d'agent réticulant et/ou la température de réticulation), du taux de cristallisation, d'une éventuelle

orientation des molécules. Elle dépend également, le cas échéant, de la nature et de la quantité de charges minérales.

La laque est donc de préférence sous forme liquide avant dépôt et adaptée au séchage en four. Il a été observé que les laques comprenant des
5 liants séchés à haute température (au-dessus de 50°C, voire même de 100°C) présentaient assez généralement une perméabilité plus faible que des liants séchés sous air à température ambiante, probablement du fait de réactions de réticulation, par exemple par polycondensation, plus abouties et donnant naissance à des réseaux tridimensionnels de plus forte densité.

10 Un agent promoteur d'adhésion est de préférence présent, sous forme de couche interposée entre la couche de laque et une feuille de verre et/ou entre la couche de laque et la feuille intercalaire polymère, et/ou dispersé dans la laque. Cette couche est de préférence à base de silanes qui permettent d'éviter les risques de décollement dus à l'humidité et, le cas échéant,
15 d'améliorer l'adhésion entre la couche de laque et la feuille intercalaire polymère. Des agents promoteurs d'adhésion avec le verre, comme des silanes, peuvent également être dispersés dans la laque.

La laque comprend des pigments, minéraux et/ou organiques, de préférence minéraux, afin de conférer les propriétés esthétiques voulues. Ces
20 pigments sont de préférence du type résistant au rayonnement ultraviolet et à l'humidité. Parmi les pigments employés dans le cadre de la présente invention, on trouve par exemple des oxydes de titane ou de zirconium éventuellement dopés par des ions d'éléments de transition, ou encore des oxydes mixtes du type zircon (ZrSiO_4). Les pigments sont de préférence exempts de métaux
25 lourds tels que le cadmium ou le plomb. La couche de laque de préférence opaque.

La laque peut également contenir des charges minérales destinées à optimiser ses paramètres physico-chimiques, par exemple sa viscosité. La teneur totale en espèces minérales (pigments et charges) de la laque est de
30 préférence, exprimée en pourcentage massique par rapport à l'extrait sec, comprise entre 40 et 70%, voire entre 50 et 60%.

La laque du vitrage selon l'invention peut être déposée avec tout type de procédé connu de l'homme du métier, comme le rideau, la pulvérisation pneumatique, la sérigraphie ou le « roll-coating ». Le procédé de sérigraphie

présente l'avantage de pouvoir ne revêtir qu'une partie du substrat. Le procédé de roll-coating consiste à faire passer le substrat à recouvrir entre deux rouleaux, dont l'un (en général le rouleau supérieur) est enduit de laque. Pour des raisons de coût, le procédé employé est de préférence le rideau dans lequel on crée un écoulement de laque sur une ligne sensiblement perpendiculaire à la direction de défilement des substrats en verre, permettant ainsi de revêtir toute la surface desdits substrats. Le débit de laque et la vitesse de défilement du substrat sont réglés de manière à obtenir un dépôt de l'épaisseur désirée, de préférence 100 à 200 micromètres à l'état humide. Le substrat revêtu de la laque est ensuite soumis à un traitement thermique permettant de durcir la laque, plus précisément d'évacuer le solvant et d'effectuer les réactions de polymérisation et/ou de réticulation des résines employées comme liant. La température employée est de préférence comprise entre 50 et 250°C, notamment entre 100 et 200°C afin de conférer à la laque un degré de réticulation apte à diminuer sa perméabilité à l'eau. L'épaisseur de la couche de laque après durcissement est de préférence comprise entre 20 et 100 micromètres, notamment entre 40 et 70 micromètres afin d'obtenir l'opacité désirée.

La ou chaque feuille de verre employée peut être tout type de verre plat, (éventuellement bombé par les procédés de bombage connus de l'homme du métier, lorsqu'il s'agit de revêtir des surfaces courbes). Il peut s'agir de verres monolithiques, c'est-à-dire composés d'une seule feuille de verre, laquelle peut être produite par le procédé « float » permettant d'obtenir une feuille parfaitement plane et lisse, ou par des procédés d'étirage ou de laminage. Dans ce dernier cas, et lorsque les rouleaux lamineurs présentent des formes en relief, la feuille de verre peut être imprimée et présenter des motifs (par exemple comme enseigné dans le document de brevet EP 493 202) sur au moins une de ses faces, de préférence la face support de la laque (ou face interne).

La feuille de verre peut être trempée ou non. Une feuille non-trempée présente l'avantage de pouvoir être découpée.

Le verre peut être clair ou présenter des teintes diverses telles que le bleu, le bronze, le vert, le gris, ou encore le rose. La transmission lumineuse du verre peut être choisie entre 10 et 92% pour une épaisseur de 4 mm. Un mode

de réalisation particulièrement préféré, notamment dans le cas où la laque est blanche ou de couleur très claire, par exemple ivoire, consiste à utiliser comme substrat verrier une feuille de verre extra-clair, c'est-à-dire dont la teneur en oxyde de fer est inférieure à 250 ppm, de préférence inférieure ou égale à 200 ppm, voire à 150 ppm, et dont la transmission lumineuse sous illuminant D65 est supérieure à 89%, notamment 90% pour une épaisseur de 4mm. Il a été trouvé que les propriétés optiques d'un tel verre permettaient d'obtenir un excellent rendu de la couleur blanche ou ivoire de la laque alors que la teinte résiduelle verte des verres clairs courants, dont la teneur en oxyde de fer est de l'ordre de 1000 ppm est particulièrement mise en évidence.

L'épaisseur de la ou chaque feuille de verre est de préférence comprise entre 2 et 19 mm, de préférence entre 2 et 6 mm, plus particulièrement entre 2 et 5 mm. Des feuilles de verre dont l'épaisseur est d'environ 3 mm ou 4 mm sont préférées, notamment dans des assemblages où chaque feuille de verre présente la même épaisseur.

La ou chaque feuille de verre peut être rendue mate sur au moins une des faces (de préférence la face externe) par divers procédés de matage, par exemple le matage à l'acide fluorhydrique ou le sablage. Ce matage peut être réalisé sur l'intégralité de la face ou sur des zones particulières, créant ainsi des motifs mats légèrement en creux. Ce dernier mode de réalisation peut être effectué en protégeant les zones qui ne seront pas gravées par un revêtement résistant aux acides qui sera ensuite ôté. L'aspect mat peut également être obtenu par dépôt d'un émail organique ou minéral.

Une couche réfléchissante, de préférence une couche d'argent, notamment obtenue par les procédés d'argenture connus de l'homme du métier peut également être interposée entre la ou chaque feuille de verre (éventuellement pourvue de promoteurs d'adhésion du type silanes) et la couche de laque, cette dernière remplissant alors la fonction de vernis protégeant la couche d'argent de la corrosion. On peut ainsi obtenir une cloison ayant d'un côté l'apparence d'un miroir et de l'autre côté l'apparence d'un verre laqué.

Un décor d'une ou plusieurs couleurs obtenu par des techniques de sérigraphie ou jet d'encre est avantageusement interposé entre la ou chaque feuille de verre (éventuellement pourvue de promoteurs d'adhésion du type

silanes) et la laque, et/ou en face externe. On peut par exemple combiner l'application de décors en face interne et en face externe.

La ou chaque feuille de verre peut également être revêtue de couches fonctionnelles telles que des empilements de couches anti-reflet, des couches à
5 fonctionnalité auto-nettoyante (par exemple contenant de l'oxyde de titane préférentiellement cristallisé sous forme anatase et/ou rutile, qui présentent également des propriétés anti-salissure, anti-bactériennes, anti-buée et anti-condensation), ou encore des couches hydrophobes. Des couches conférant des propriétés anti-dérapantes, notamment sous forme d'émail, sont
10 particulièrement appréciées dans le cas de revêtements de sols. Des couches anti-abrasion ou anti-rayures peuvent également revêtir la ou chaque feuille de verre du vitrage selon l'invention. La ou chaque feuille de verre peut également être revêtue d'au moins une couche semi-réfléchissante, la couleur présentant alors un aspect légèrement métallisé

15 Des couches conductrices de l'électricité et donc chauffantes par effet Joule peuvent être intégrées sur une des faces du vitrage, ce qui permet par exemple d'obtenir des sols et/ou des murs chauffants. La feuille intercalaire peut également comprendre des cristaux liquides susceptibles de s'orienter sous l'action d'un champ électrique, en permettant le passage d'un état
20 translucide ou opaque à un état transparent, pouvant par exemple révéler un décor particulier situé en face arrière.

Des diodes électroluminescentes peuvent également être disposées entre la feuille intercalaire polymère et au moins une des feuilles de verre du vitrage.

25 L'invention a aussi pour objet un procédé d'obtention d'un vitrage selon l'invention, comprenant les étapes consistant à placer au moins une feuille intercalaire polymère entre au moins une feuille de verre préalablement revêtue d'une couche de laque et au moins une autre feuille de verre, puis à soumettre l'ensemble à un traitement thermique sous pression afin d'assurer la liaison
30 entre lesdites feuilles de verre. Le traitement thermique est typiquement réalisé selon les méthodes connues de l'homme du métier pour le feuilletage du verre, en autoclave, à une pression comprise entre 9 et 14 bars et une température comprise entre 100 et 150°C. Le procédé est moins coûteux et plus facilement réalisable que ceux décrits dans l'art antérieur, puisqu'il n'est pas nécessaire de

modifier les paramètres utilisés habituellement pour le feuilletage du verre, où deux feuilles de verre non revêtues sont feuilletées à l'aide de PVB.

Afin d'optimiser l'adhésion entre la couche de laque et la feuille intercalaire polymère, on soumet de préférence la couche de laque à l'action d'un plasma, notamment par un traitement du type décharge couronne, avant traitement thermique. Dans le même but, il est également possible de déposer sur la couche de laque des silanes, par exemple par pulvérisation ou chiffonnage. Ces traitements permettent d'utiliser des laques dont l'adhésion avec les feuilles intercalaires polymères est naturellement faible. Ils génèrent néanmoins un surcoût et ne sont de ce fait pas préférés.

L'invention a encore pour objet une cloison, porte (encadrée ou non), vitrage d'ameublement, plafond, garde-corps, couvercle de luminaire, revêtement de murs, marche d'escalier, incorporant un vitrage selon l'invention. La cloison peut être fixe ou sous forme de panneaux coulissants, par exemple montés sur des rails. La porte peut être une porte d'intérieur ou d'extérieur ou encore une porte de douche.

La présente invention sera mieux comprise à la lecture de la description détaillée ci-après d'exemples de réalisation non limitatifs illustrés par les figures ci-jointes :

La figure 1 représente schématiquement un vitrage selon l'invention, constitué d'une première feuille de verre 1 revêtue d'une couche de laque 3 et d'une seconde feuille de verre 4, l'ensemble étant lié par une feuille intercalaire 2 en PVB.

La figure 2 représente schématiquement un vitrage selon l'invention, identique à celui de la figure 1, mis à part qu'une couche réfléchissante 5 en argent est déposée entre la feuille de verre 1 et la couche de laque 3.

La figure 3 montre, pour des laques comprenant des liants acryliques ou polyuréthanes, la relation entre d'une part le rapport noté « R » entre les aires des bandes d'absorption liées aux groupements hydroxyles et les aires des bandes d'absorption liées aux groupements alkyles ou alcanes et d'autre part la contrainte maximale de cisaillement (en MPa), laquelle caractérise l'adhésion entre la laque et le PVB. Les laques présentant en surface une plus grande densité de groupements hydroxyles sont les plus satisfaisantes en

termes d'adhésion, et donc celles qui présentent le moins de risque de délamination.

Les feuilles de verre 1 et 4 sont en verre du type silico-sodo-calcique, clair, monolithique, plan et non-trempé, présentant une épaisseur de 4 mm. De
5 telles feuilles sont par exemple commercialisées sous la marque SGG Planilux® par la demanderesse. La face interne de la feuille de verre 1 a été préalablement revêtue d'une couche de laque 3 de 50 micromètre d'épaisseur, déposée selon le procédé du rideau.

La couche de laque 3 comprend après séchage les ingrédients
10 suivants :

- un liant sous forme de résine acrylique thermodurcissable réticulée avec de la mélamine (résine A) ou avec un isocyanate (résine B),
- des matières minérales (pigments et charges) en une teneur comprise entre 40 et 70% en masse par rapport à l'extrait sec.

15 La couche de laque 3 obtenue à l'aide de la résine A présente une tension de surface de l'ordre de 36 à 38 N/mm² et une rugosité R_z d'environ 55 micromètres. Pour la résine B, les valeurs obtenues sont de l'ordre de 42 à 48 N/mm² pour la tension de surface et d'environ 50 micromètres pour la rugosité R_z. La tension de surface est mesurée à l'aide d'encres de test
20 commercialisées par la société Plasmatrete GmbH. Par mesure en spectrométrie infrarouge de type ATR, le rapport entre les aires des bandes d'absorption liées aux groupements hydroxyles et les aires des bandes d'absorption liées aux groupements alkyles ou alcanes est supérieur à 0,6, témoignant d'une forte densité de groupements hydroxyles en surface de la
25 laque.

La feuille intercalaire 2 est en PVB transparent et incolore de 0,76 mm d'épaisseur, commercialisé sous la référence Saflex RB41 par la société Solutia. Le feuilleteage se fait selon les techniques couramment employées dans le domaine : les deux feuilles de verre 1 et 4 sont assemblées, la feuille
30 intercalaire 2 en PVB étant disposées entre lesdites feuilles de verre. L'air éventuellement contenu entre les feuilles constitutives du vitrage est ensuite éliminé, par exemple par calandrage et/ou ou dépression. La liaison est ensuite réalisée en autoclave, sous pression d'environ 12 bars, à une température d'environ 140°C.

Le vitrage est apte à être utilisé comme cloison, car il répond aux différentes normes existantes. Il est notamment classifié 2B2 au sens de la norme EN 12600 (résistance au choc) et répond aux exigences de la norme EN 14449 :2005 (conformité des verres feuilletés).

5 L'adhésion entre le PVB et les feuilles de verre est caractérisée par une mesure de torsion telle que décrite dans la demande WO 03/087785. La contrainte maximale de cisaillement (avant amorçage d'une dissociation entre le PVB et la feuille de verre revêtue de la couche de laque) est très satisfaisante puisque comprise entre 4 et 6 MPa.

10 Pour une autre couche de laque 3, dont le rapport R entre les aires des bandes d'absorption liées aux groupements hydroxyles et les aires des bandes d'absorption liées aux groupements alkyles ou alcanes est de l'ordre de 0,3, ce qui témoigne d'une densité de groupements hydroxyles plus faible en surface, l'adhésion est moins bonne, puisque la contrainte maximale de cisaillement est
15 de 1,5 MPa. Une telle adhésion est susceptible, dans certaines conditions extrêmes, de générer des problèmes de durabilité, notamment dus à des délaminations.

Le vitrage selon l'invention résiste également aux températures élevées au sens de la norme EN 12543-4, puisqu'après traitement à 100°C
20 pendant 2 heures, aucun défaut (du type bulle, opacification ou délamination) n'est observé côté PVB, et aucun point de décollement ni changement de couleurs ne sont observés côté laque.

Aucun des ces défauts n'est également observable après test à l'humidité selon la norme EN 12543-4 (ruissellement d'eau à 50°C pendant 14
25 jours) ou test de vieillissement aux UV selon la norme EN 12543-4.

REVENDEICATIONS

1. Vitrage feuilleté comprenant au moins deux feuilles de verre (1, 4) et au moins une feuille intercalaire polymère (2) constituée de polyvinylbutyral et assurant une liaison entre lesdites feuilles de verre (1, 4), caractérisé en ce qu'au moins une couche de laque (3) est disposée entre les au moins deux feuilles de verre (1, 4).
2. Vitrage selon la revendication 1, tel que la ou chaque couche de laque (3) est en contact avec la ou chaque feuille intercalaire polymère (2).
3. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, tel que la couche de laque est opaque et la feuille intercalaire polymère est transparente.
4. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, constitué de deux feuilles de verre (1, 4), d'une couche de laque (3) déposée sur une première feuille de verre (1), et d'une feuille intercalaire polymère (2) en contact avec ladite couche de laque (3) et assurant la liaison entre ladite première feuille de verre (1) et une seconde feuille de verre (4).
5. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, tel que la couche de laque (3) présente au moins en sa surface des fonctions chimiques susceptibles de réagir chimiquement avec les fonctions hydroxyles et/ou carbonyles.
6. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la laque est telle que, par mesure en spectrométrie infrarouge de type ATR, le rapport entre les aires des bandes d'absorption liées aux groupements hydroxyles et les aires des bandes d'absorption liées aux groupements alkyles ou alcanes soit supérieur ou égal à 0,4, notamment 0,5 ou 0,6.
7. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, tel que la couche de laque (3) présente une rugosité comprise entre 10 et 90 micromètres, notamment entre 45 et 70 micromètres.
8. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, tel que la couche de laque (3) présente une tension de surface comprise entre 30 et 70 N/mm², notamment entre 32 et 50 N/mm².
9. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, tel que la laque (3) comprend un liant à base de résine acrylique, notamment réticulée avec de la mélamine et/ou un isocyanate.

10. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, tel que la laque (3) présente une perméabilité à l'eau inférieure à 10^{-6} , notamment inférieure à 10^{-8} , voire inférieure à $10^{-13} \text{ cm}^3 \cdot \text{cm} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$.

11. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, tel qu'un
5 agent promoteur d'adhésion, notamment à base de silanes, est présent, sous forme de couche interposée entre la couche de laque (3) et une feuille de verre (1) et/ou entre la couche de laque (3) et la feuille intercalaire polymère (2), et/ou dispersé dans la laque (3).

12. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, tel qu'une
10 couche réfléchissante (5), notamment d'argenture pour miroirs, et/ou un décor obtenu par sérigraphie ou jet d'encre (5) est interposé entre la couche de laque (3) et une feuille de verre (1), éventuellement revêtu d'une couche promotrice d'adhésion.

13. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, tel que la
15 couche de laque (3) comprend des pigments résistant au rayonnement ultraviolet et/ou des charges minérales dans une teneur comprise entre 40 et 70%.

14. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, tel que la ou
chaque feuille de verre (1, 4) présente sur au moins une de ses faces des
20 motifs en relief obtenus par laminage et/ou matage à l'acide et/ou sablage et/ou gravure, ou tel que l'intégralité de la face extérieure de la ou chaque feuille de verre (1, 4) est matée à l'acide fluorhydrique ou par sablage.

15. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, tel que la ou
chaque feuille de verre (1, 4) présente sur au moins une de ses faces, de
25 préférence en face extérieure, au moins une couche fonctionnelle conférant des propriétés optiques et/ou anti-dérapantes et/ou de surface, notamment des propriétés antisalissures, antibactériennes, autonettoyantes, hydrophobes, anti-buée, anti-rayures, anti-abrasion.

16. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, dans lequel
30 des diodes électroluminescentes sont disposées entre la feuille intercalaire polymère (2) et au moins une feuille de verre (1, 4).

17. Procédé d'obtention d'un vitrage selon l'une des revendications précédentes, comprenant les étapes consistant à placer au moins une feuille intercalaire polymère (2) entre au moins une feuille de verre (1) revêtue d'une

couche de laque (3) et au moins une autre feuille de verre (4), puis à soumettre l'ensemble à un traitement thermique sous pression afin d'assurer la liaison entre lesdites feuilles de verre (1, 4).

18. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel on
5 soumet la couche de laque (3) à l'action d'un plasma, notamment par un traitement du type décharge couronne, avant traitement thermique.

19. Cloison, porte, vitrage d'ameublement, plafond, garde-corps, couvercle de luminaire, revêtement de murs, marche d'escalier, incorporant un vitrage selon l'une des revendications de vitrage précédentes.

1/2

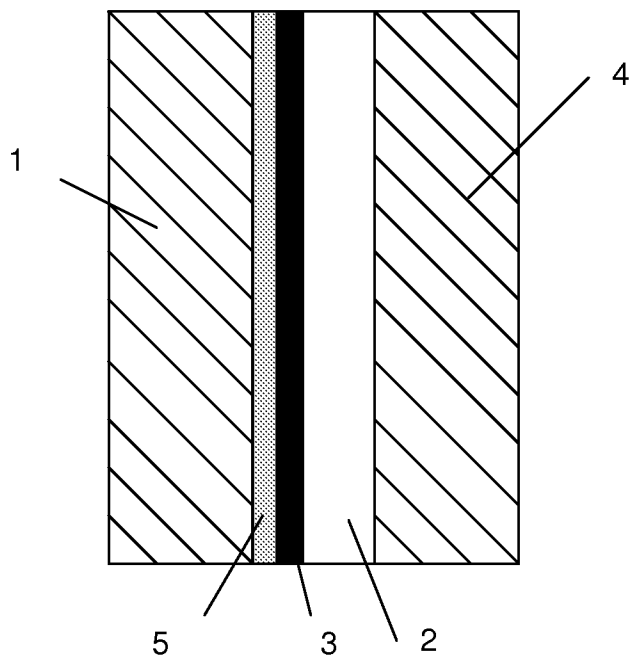
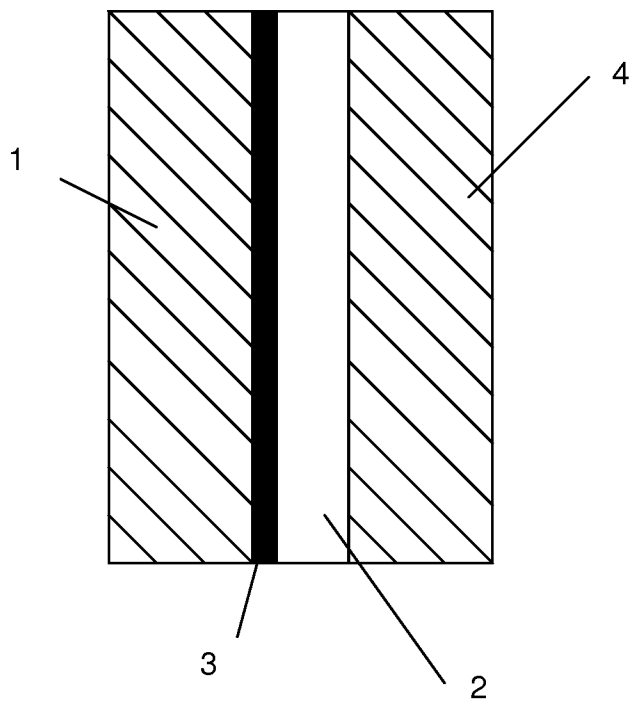


Fig. 3

