RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 498 663**
(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21) **N° 81 01372**

(54) **Bardeaux de couverture à base de soufre.**

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). **E 04 D 1/22; E 04 B 1/94.**

(22) Date de dépôt ..... 26 janvier 1981.
(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 30 du 30-7-1982.

(71) Déposant : Société dite : CHEVRON RESEARCH COMPANY, résidant aux EUA.

(72) Invention de : William G. Toland.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Rinuy, Santarelli,
14, av. de la Grande-Armée, 75017 Paris.

La présente invention concerne l'utilisation de soufre plastifié pour la production d'un bardeau de couverture flexible, résistant au feu. Dans le passé, l'économie relative de l'asphalte et du soufre n'aurait pas suggéré l'utilité de la technologie du soufre dans l'industrie des bardeaux de couverture. Toutefois, la disponibilité récente du soufre et l'augmentation du coût des produits dérivés du pétrole ont conduit pour diverses raisons à considérer l'application du soufre.

Malgré les motivations économiques, l'utilisation de soufre pour la réalisation de bardeaux de couverture a été lente à se développer à cause de plusieurs inconvénients sérieux. En particulier, le soufre est une matière solide extrêmement cassante qui ne résiste pas aux contraintes auxquelles un bardeau de couverture est soumis. Par exemple, un bardeau de couverture est mis en place par clouage. Des bardeaux réalisés à partir de soufre doivent être préalablement perforés pour éviter qu'ils ne se fendent lorsqu'ils sont cloués. Dans de nombreuses applications, des bardeaux de couverture doivent nécessairement être assez flexibles pour résister au poids d'une forte chute de neige à des températures en dessous de zéro. Là encore, des bardeaux fabriqués en soufre ne sont pas suffisamment robustes pour résister à un poids considérable.

L'inconvénient le plus sérieux concerne peut être la combustibilité du soufre. Des matières de couverture en soufre brûlent avec une fusion excessive du soufre, qui coule et tombe goutte à goutte en propageant le feu. En conséquence, le feu se transmet à d'autres aires de la structure. En outre, la combustion du soufre engendre de grandes quantités d'oxydes de soufre, ce qui pose un grave problème de pollution.

Plusieurs tentatives ont été faites pour réduire la combustibilité du soufre par l'incorporation à ce dernier de divers retardateurs de flamme. Par exemple, le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 1 835 767 décrit l'utilisation de résines au soufre pour retarder la combustion du soufre. Toutefois, lorsque la composition est appliquée à un support formé de fibres ou de papier, le produit stratifié perd de sa

flexibilité en devenant très rigide. De même, Dale et Ludwig décrivent dans "Fire-Retarding Elemental Sulfur", Journal of Materials, volume 2, n° 1, mars 1967, page 131, l'effet produit par diverses matières sur la combustibilité du soufre soit avec le styrène, soit avec le dipentène-dimercaptan. Les compositions "à l'épreuve du feu" ont été suggérées comme revêtements muraux, peut être du fait qu'elles forment un revêtement rigide inflexible.

On a tenté de préparer des produits flexibles ressemblant à une étoffe, en utilisant du soufre plastifié comme troisième couche de revêtement sur le produit. Les brevets des Etats-Unis d'Amérique n° 3 619 258 et n° 3 721 578 décrivent l'utilisation de minces revêtements de compositions au soufre plastifié sur une étoffe imprégnée d'asphalte pour préparer un produit étanche flexible. Le mince revêtement de soufre plastifié est utilisé pour améliorer les caractéristiques de résistance aux intempéries du produit final.

On vient de trouver qu'un bardeau de couverture à base de soufre non asphaltique consistant essentiellement en un mat de support fibreux imprégné d'une composition au soufre plastifié, comprenant environ 30 à 98 % de soufre, est doué de bonnes propriétés de résistance au feu et de flexibilité.

Les bardeaux de couverture de l'invention ne renferment pas d'asphalte et peuvent être préparés en utilisant des approches classiques de fabrication. Toutefois, le procédé de fabrication que l'on apprécie est le procédé par immersion utilisé normalement pour produire des bardeaux classiques d'asphalte. Conformément à ce procédé, un mat fibreux classique est mû en continu à travers un dispositif de séchage et est chargé dans une cuve de composition fondue de soufre plastifié dépourvu d'asphalte pour saturer le mat et assurer son imprégnation. Le mat saturé est pressé entre des rouleaux de manière à assurer une épaisseur uniforme. Des granulés de couverture sont appliqués et le mat est soumis à l'action d'un rouleau de presse refroidi par l'eau. Finalement, le mat est découpé à la forme désirée.

Le mat de support fibreux peut consister en un mat classique quelconque pour bardeau. Des mats convenables comprennent ceux qui sont utilisés dans la production de bardeaux d'asphalte. Actuellement, la plupart des bardeaux sont préparés en utilisant des mats de fibres de verre ou des mats de fibres cellulosiques et ces mats sont préférés. Des mats de fibres de verre offrent une résistance additionnelle au feu et sont particulièrement appréciés. Des liants peuvent être ajoutés au mat fibreux ou bien on peut faire varier l'épaisseur du mat pour améliorer la résistance mécanique. On a obtenu de bons résultats en utilisant un mat de fibres de verre de 64,7 g/m^2 avec un liant à base de polystyrène.

On peut utiliser toute composition convenable au soufre plastifié, dépourvue d'asphalte mais contenant du soufre, un plastifiant et, le cas échéant, des charges, des pigments, des colorants, etc. Des compositions convenables à base de soufre plastifié renferment de préférence au moins 30 % en poids de soufre. Généralement, les compositions sont formées d'environ 30 à 98 % de soufre, d'environ 0,2 à 20 % d'un plastifiant et d'environ 1 à environ 70 % d'une charge. Les compositions renferment de préférence 50 à 85 % de soufre, 1 à 5 % de plastifiant et 10 à 49 % de charge.

Des charges destinées à être utilisées dans cette composition comprennent des fibres telles que celles qui sont produites à partir de verre, d'amiante, de carbone, etc. ; des matières solides en particules, telles que sable, alumine hydratée, mica, carbonate de calcium, talc, polyphosphate d'ammonium, argile, sulfate de calcium, oxyde d'antimoine, borax, borate de zinc, bioxyde de titane, oxyde de fer, trioxyde de molybdène, hydroxyde de magnésium, chlorure ferrique, etc. ; des composés organiques inertes retardateurs de flamme à haut point de fusion, en particulier ceux qui sont essentiellement insolubles dans le soufre, notamment des oligomères de cyclopentadiène halogéné et des composés aromatiques halogénés tels que l'anhydride tétrabromophtalique, et des bisphénols halogénés tels que le tétrabromobisphénol A.

Des compositions de soufre plastifié particulièrement appréciées sont décrites dans la demande de brevet des

Etats-Unis d'Amérique n° 631 781, déposée le 13 novembre 1975 au nom de Simic. L'objet de cette demande est mentionné dans le présent mémoire à titre de référence. Les compositions au soufre plastifié de cette demande renferment, en plus de soufre et d'un plastifiant, du mica présent comme charge. Généralement, les compositions sont formées d'environ 50 à 98 % de soufre, d'environ 0,2 à 20 % d'un plastifiant et de 5 à 20 % de mica.

La composition au soufre plastifié est habituellement préparée sous la forme fondue par addition du plastifiant à du soufre fondu et chauffage du mélange résultant à une température supérieure au point de fusion, par exemple à une température comprise entre 110 et 180°C, de préférence entre environ 125 et 150°C. Des charges, des pigments, des retardateurs de flamme, etc., sont ensuite ajoutés et la composition résultante est agitée jusqu'à consistance homogène. Elle est ensuite utilisée pour imprégner des mats pour bardeaux comme décrit ci-dessus.

La composition renferme également un plastifiant du soufre. L'expression "plastifiant du soufre" est utilisée pour désigner quelque chose qui plastifie le soufre ou qui engendre du soufre plastifié. L'expression "soufre plastifié" désigne à son tour, habituellement, du soufre dont le point de fusion est légèrement inférieur à celui du soufre élémentaire. En outre, du soufre plastifié met plus longtemps à cristalliser ; c'est-à-dire que la vitesse de cristallisation du soufre plastifié est plus faible que celle du soufre élémentaire. Un moyen utile de mesurer la vitesse de cristallisation est indiqué ci-après : l'échantillon (0,040 g) est fondu sur une lame microscopique à 130°C et est ensuite recouvert d'une lamelle. La lame est transférée sur une plaque chauffante et est maintenue à une température de 78 $\pm$ 2°C, température qu'on mesure sur la lame de verre au moyen d'un pyromètre de surface. Un angle de la masse fondue est ensemencé avec un cristal de la substance d'essai. On mesure le temps nécessaire à la cristallisation complète. Du soufre plastifié est alors du soufre contenant un additif qui prolonge le temps de cristallisation dans les limites de

l'erreur expérimentale, c'est-à-dire que le temps moyen de cristallisation du soufre plastifié est plus grand que le temps moyen de cristallisation de la charge de soufre élémentaire. Aux fins du présent mémoire, des plastifiants sont des substances qui, lorsqu'on en ajoute à du soufre élémentaire fondu, entraînent une prolongation du temps de cristallisation par rapport au soufre élémentaire lui-même.

Des plastifiants inorganiques comprennent des sulfures de fer, d'arsenic et de phosphore, mais les plastifiants que l'on apprécie particulièrement sont des composés organiques qui réagissent avec le soufre pour donner des matières sulfurées.

Des plastifiants du soufre qui sont avantageux à utiliser comprennent des polysulfures aliphatiques, des polysulfures aromatiques, le styrène, le dicyclopentadiène, le phtalate de dioctyle, l'acide acrylique, l'huile de soja époxydée, des triglycérides et des acides gras du tall oil.

Une classe de plastifiants appréciés comprend les polysulfures aliphatiques, notamment ceux qui ne forment pas de réticulation. Ainsi, le butadiène n'est pas un constituant apprécié pour la formation du polysulfure aromatique, parce qu'il peut former des liaisons de réticulation du soufre, tandis que le dicyclopentadiène est un composé que l'on apprécie pour la formation du polysulfure aliphatique utile comme plastifiant du soufre. Avec le soufre fondu, le dicyclopentadiène forme un polysulfure aliphatique extrêmement satisfaisant.

Une autre classe de plastifiants dont on apprécie l'utilisation dans les compositions comprend des polysulfures aromatiques formés par réaction d'une mole d'un composé carbocyclique ou hétérocyclique aromatique, substitué par au moins un groupe fonctionnel de la classe des groupes -OH ou -NHR, où R représente H ou un radical alkyle inférieur, avec au moins deux moles de soufre.

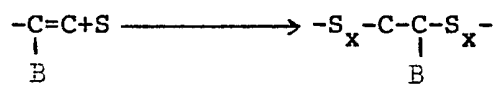
Des exemples avantageux de composés aromatiques de ce type comprennent le phénol, l'aniline, la N-méthylaniline, le 3-hydroxythiophène, la 4-hydroxypyridine, le p-aminophénol, l'hydroquinone, le résorcinol, le

métacrésol, le thymol, le 4,4'-dihydroxybiphényle, le 2,2-di-(p-hydroxyphénol)-propane, le di-(p-hydroxyphényl)-méthane, etc., la p-phénylènediamine, la méthylènedianiline. Le phénol est un composé aromatique particulièrement apprécié pour la formation du polysulfure aromatique.

Les polysulfures aromatiques sont généralement préparés par chauffage de soufre et du composé aromatique à une température comprise dans la plage de 120 à 170°C pendant 1 à 12 heures, habituellement en présence d'un catalyseur basique tel que l'hydroxyde de sodium (voir, par exemple, Angew. Chem., V.70, n° 12, pages 351-67 (1958)). Le produit polysulfuré préparé de cette façon a un rapport molaire du composé aromatique au soufre de 1:2 à 1:10, de préférence de 1:3 à 1:7. Lorsque la réaction est terminée, le catalyseur caustique est neutralisé avec un acide tel que l'acide phosphorique ou sulfurique. Des acides organiques peuvent aussi être utilisés à cette fin. Le polysulfure aromatique résultant peut être utilisé immédiatement, ou bien il peut être refroidi et conservé en vue d'une utilisation future.

Un autre type de polysulfure aliphatique utile comme plastifiant comprend les polysulfures aliphatiques linéaires. Bien que ces polysulfures puissent être utilisés seuls comme plastifiant sulfuré, on préfère les utiliser conjointement avec (a) le dicyclopentadiène, ou (b) les polysulfures aromatiques décrits ci-dessus, notamment avec le produit formé par addition entre le phénol et le soufre. Sous ce rapport, les mélanges plastifiants que l'on apprécie contiennent 5 à 60 % d'un polysulfure aliphatique linéaire, en poids par rapport au plastifiant total, de préférence environ 10 à 30 % en poids.

Ces polysulfures aliphatiques peuvent présenter la ramification indiquée ci-après :



x étant un nombre entier de 2 à 6 et B représentant l'hydrogène ou un groupe alkyle, un groupe aryle, un halogène, un

groupe nitrile, ester ou amide. Ainsi, à ce point de vue, le polysulfure aliphatique est de préférence un polysulfure linéaire. La chaîne renfermant le soufre est de préférence linéaire, mais elle peut présenter des groupes latéraux comme indiqué par "B" ci-dessus. De même, ce groupe latéral "B" peut être aromatique. Ainsi, le styrène peut être utilisé pour former un polysulfure aliphatique linéaire à substituant phényle. Les polysulfures aliphatiques de ce type que l'on apprécie sont à la fois linéaires et non ramifiés. Des polysulfures aliphatiques linéaires non ramifiés comprennent les polysulfures tels que le Thiokol LP-3 qui renferme une liaison éther et qui comprend le motif récurrent :

$$-S_xCH_2CH_2OCH_2OCH_2CH_2S_x-$$

dans lequel x a une valeur moyenne d'environ 12. Le constituant éther de ce polysulfure aliphatique est relativement inerte vis-à-vis de la réaction. D'autres polysulfures aliphatiques convenables présentent les motifs récurrents suivants :

$-S_x\{CH_2\}_yS_x-$ résultant de la réaction d'α,ω-dihalogénalcanes et de polysulfure de sodium

$-S_x\{CH_2CH_2-S-CH_2CH_2\}S_x-$ résultant de la réaction d'α,ω-dihalogénosulfures et de polysulfure de sodium

$-S_x\{CH_2CH_2-O-CH_2CH_2\}S_x-$ résultant de la réaction d'α,ω-dihalogénesters et de polysulfure de sodium,

x étant un nombre entier ayant une valeur de 2 à 5 et y étant un nombre entier ayant une valeur de 2 à 10.

Le mica représente un constituant important des compositions au soufre plastifié que l'on apprécie. Le terme "mica" est utilisé dans le présent mémoire pour désigner un silicate stratifié dont le diagramme de diffraction des rayons X présente un espacement interplanaire d d'environ 0,96 à 1,01 nanomètre, de préférence d'environ 0,99 à 1,01 nanomètre. Le talc est également un silicate stratifié, mais il a un espacement interplanaire d d'environ 0,935 nanomètre. Des particules de mica satisfaisantes

couvrent une très large plage de diamètres. Il est préférable qu'au moins 90 % des particules traversent un tamis de 0,42 mm d'ouverture de maille. Des particules satisfaisantes ont des plages de diamètres de 0,001 à 2 mm et une épaisseur de 0,0005 à 0,2 mm.

Des quantités usuelles de mica dans la formulation vont d'environ 1 à 40 % en poids, de préférence de 5 à 30 % en poids et notamment de 10 à 20 % en poids.

Des micas dont on apprécie l'utilisation dans la composition de la présente invention sont la phlogopite, la muscovite, la zinnwaldite et la biotite, qui sont des micas naturels, et la fluorophlogopite et le baryum-disilic qui sont des micas de synthèse.

Des micas dont on apprécie particulièrement l'utilisation dans la présente invention contiennent du potassium et ont la composition chimique $3Al_2O_3.K_2O.6SiO_2.2H_2O$, qui peut également s'écrire $K_2Al_4(Al_2Si_6O_{20})(OH)_4$. Le mica diffère du talc en ce que ce dernier ne renferme normalement pas de potassium. L'ouvrage intitulé "Encyclopedia of Chemical Technology, de Kirk-Othmer, seconde édition, volume 19, page 608, indique $Mg_3SiO_{10}(OH)_2$ comme formule chimique pour le talc.

Pour que les bardeaux à base de soufre de la présente invention aient un aspect classique, des granules classiques pour couverture de diverses couleurs peuvent y être appliqués au moment où la composition au soufre plastifié est encore collante. On peut utiliser tous granules convenables pour couverture, tels que ceux que l'on peut actuellement se procurer auprès de l'Industrial Mineral Products Division" de la 3M Company. Etant donné que l'on ne voit que le sommet d'un bardeau après que celui-ci a été fixé à une toiture, des bardeaux à base de soufre portant des granules de recouvrement enrobés à la surface supérieure ont tout à fait le même aspect général que des bardeaux d'asphalte, bien que des bardeaux à base de soufre ne renferment pas d'asphalte. Une petite quantité d'une matière colorante telle que le noir de carbone pourrait même être utilisée pour que le soufre plastifié ait l'aspect de l'asphalte classique.

L'invention est illustrée par les exemples suivants, donnés à titre non limitatif.

EXEMPLE 1

La méthode classique d'évaluation de la résistance au feu de revêtements pour toitures est la norme ASTM E-108 intitulée "Fire Tests of Roof Coverings". En utilisant une version à échelle réduite de cet essai de manière que de plus petites couvertures d'essai puissent être utilisées et que la combustibilité des bardeaux puisse être examinée comme facteur limitatif, on réalise des panneaux d'essai de 55,88 cm de largeur sur 121,8 cm de longueur à partir de chevrons de 5,08 x 10,16 cm recouverts d'une plaque de contreplaqué de 1,27 cm. On les recouvre d'un feutre classique pour toiture imprégné de 6,80 kg d'asphalte.

Des bardeaux à base de soufre de 30,48 cm de largeur sur 55,88 cm de longueur sont coulés à la main en utilisant les compositions au soufre plastifié du tableau I avec une épaisseur de mat de fibres de verre et un revêtement de dessus formé de granules pour toiture.

TABLEAU I

Compositions au soufre plastifié

	A	B	C	D	E
Soufre, %	84	61,9	61	49	81,5
Dicyclopentadiène, %	2	2,0	2	1	1,0
Mica, %	12	5,0	5	--	17
Fibre de verre, %	2	2,0	2	2	--
Sable (0,125 mm), %	--	--	--	24	--
Alumine hydratée, %	--	25,0	30	24	--
Anhydride tétrabromo-phtalique, %	--	3,6	--	--	--
Polyphosphate d'ammonium, %	--	0,5	--	--	--
Thiokol LP-3, %	--	--	--	--	0,5

Les bardeaux ont la composition approximative suivante, exprimée en poids :

- Fibre de verre	12 grammes
- Soufre plastifié	780 grammes
- Granules	440 grammes
TOTAL	1 232 grammes

Des bardeaux classiques d'asphalte de la classe C de mêmes dimensions pèsent environ 1300 grammes. Par conséquent, les bardeaux non-asphaltiques à base de soufre de l'invention sont, en fait, comparables à des bardeaux d'asphalte de la classe C.

Chacun des quatre types de bardeaux à base de soufre A-D a ensuite été cloué sur une toiture d'essai avec des clous classiques de couverture en aluminium, en utilisant la méthode classique à recouvrement de 15,24 cm. A titre comparatif, des bardeaux réalisés en soufre pur ont également été cloués à une couverture d'essai. Ces bardeaux se sont montrés extrêmement cassants et se sont fissurés gravement au clouage, en sorte qu'un perçage préalable des trous recevant les clous s'est révélé nécessaire. De même, des panneaux d'essai ont été recouverts de bardeaux en bois de cèdre et de bardeaux d'asphalte de la classe C.

Un appareil d'essai de combustion a été réalisé selon le même principe de base que dans la norme ASTM E-108. La vitesse de l'air, la capacité du brûleur, la hauteur de flamme et le type de l'égout ont été choisis de manière que la flamme soit dirigée uniformément sur toute la surface supérieure des panneaux d'essai.

On a réglé une durée d'exposition de 18,5 minutes, sur la base d'essais préliminaires indiquant que la combustion portant sur les bardeaux les plus combustibles, à savoir les bardeaux de cèdre, s'est poursuivie à travers les bardeaux, le feutre et le contreplaqué après 18,5 minutes.

Les résultats de cet essai sont reproduits ci-dessous, allant du comportement le plus mauvais au meilleur.

Panneau à bardeau de bois de cèdre

Ce matériau de couverture a brûlé avec une grande intensité. Des flammes ont dépassé de 60,96 cm le bord supérieur du toit. La température du toit s'est rapidement stabilisée à 871°C et de grandes quantités de fumée blanche ont été produites. Le revêtement de contreplaqué qui n'était pas traversé par le feu est apparu très carbonisé.

Panneau à bardeau d'asphalte

Ce matériau de couverture a brûlé avec beaucoup moins d'intensité que le bardeau de couverture en bois de cèdre, mais des flammes ont, là encore, dépassé de 60,96 cm le bord supérieur du toit. La température du toit s'est rapidement stabilisée à 787°C et de grandes quantités de fumée noire ont été produites. Le revêtement de contreplaqué a été gravement carbonisé et il a présenté une petite perforation de 5,08 cm due à la combustion.

Panneau à bardeau de soufre

Ce matériau de couverture a brûlé en présentant une fusion excessive du soufre, qui a coulé et s'est égoutté par l'avancée de toit, en entraînant le feu et en le propageant. La température s'est rapidement stabilisée à 565°C et finalement, il y a eu une petite quantité de fumée blanche et une flamme très peu visible. La production de SO_2 a été considérable. On a observé une certaine carbonisation du panneau de contreplaqué.

Panneaux à bardeaux des compositions A, B, C et D

Les performances des panneaux d'essai réalisés avec des bardeaux des différentes compositions au soufre plastifié de l'invention ont été très similaires. Le temps d'inflammation, le temps de combustion sur toute la longueur du toit et le temps de stabilisation de la température du toit ont généralement été plus longs que pour les autres couvertures, d'un facteur 2 dans quelques cas. Il n'y a pas eu de ruissellement ou d'écoulement goutte à goutte du matériau de couverture, comme on en observe dans le cas des couvertures d'asphalte ou de soufre pur. Les couvertures n'ont pas brûlé avec intensité, et il n'y a pas eu de flammes allongées. La température de la couverture s'est stabilisée à environ 565°C, ce qui représente respectivement 287°C et 204°C de moins que pour les couvertures de cèdre et d'asphalte. Il y a eu une petite quantité de fumée blanche et une flamme très peu visible. Le dégagement de SO_2 n'a pas été abondant, comme pour la couverture en soufre pur. Il n'y a pas eu de carbonisation des panneaux de couverture en contreplaqué.

TABLEAU II

RESULTATS DES ESSAIS DE COMBUSTION

Panneau à bardeau d'asphalte

Minutes		Température, °C
2,5	- Asphalte fondu et formant des cloques sur toute la longueur de la couverture	427
4,0	- Inflammation à la base de la couverture	649
5,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture avec écoulement excessif d'asphalte en gouttes	759
13,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture avec écoulement excessif d'asphalte en gouttes	787
18,5	- Essai arrêté	787

Panneau à bardeau de cèdre

	Minutes		Température, °C
(1)	1,0	- Inflammation à la base	593
(2)	1,5	- Combustion sur toute la longueur	649
(3)	4,5	- Combustion sur toute la longueur	705
(4)	6,5	- Combustion sur toute la longueur	871
(5)	12,0	- Combustion sur toute la longueur	871
(6)	18,5	- Perforation par combustion	871

Panneau au soufre pur

	Minutes		Température, °C
(1)	1,0	- Fusion à la surface	343
(2)	1,5	- Inflammation à la base de la couverture	538
(3)	4,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture. Ruissellement et écoulement goutte à goutte excessifs de soufre jaune fondu	565
(4)	7,0	- Ruissellement excessif de soufre noir fondu à la face de la couverture et au-delà de l'avancée	565
(5)	12,0	- Arrêt du ruissellement et de l'écoulement en gouttes	565
(6)	18,5	- Arrêt de l'essai	565

Panneau à la composition A

Minutes		Température, °C
1,5	- Inflammation à la base de la couverture	477
4,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	538
7,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	565
12,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	574
14,5	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	565
18,5	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	565

Panneau à la composition B

Minutes		Température, °C
2,0	- Inflammation à la base de la couverture	399
3,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	427
7,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	593
12,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	649
14,5	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	677
18,5	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	677

Panneau à la composition C

Minutes		Température, °C
4,0	- Inflammation à la base de la couverture	427
5,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	477
7,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	565
12,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	565
14,5	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	565
18,5	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	593

Panneau à la composition D

Minutes		Température, °C
5,0	- Inflammation	427
6,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	538
9,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	574
12,0	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	565
14,5	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	565
18,5	- Combustion sur toute la longueur de la couverture	565

Cette série d'essais permet de conclure que du point de vue de la résistance au feu, les bardeaux à base de soufre sont meilleurs que les bardeaux au bois de cèdre ou les bardeaux à l'asphalte de la classe C, tels qu'on en utilise dans la construction de résidences. D'après ces essais, on peut admettre raisonnablement que des bardeaux à base de soufre plastifié doivent aisément satisfaire aux conditions de la norme ASTM E-108 et offrent un degré de résistance au feu à la construction de résidences, qui n'est à présent assuré que par des qualités spéciales de bardeaux. Il est possible d'améliorer davantage la résistance au feu des formulations en y incorporant des additifs. Il est également possible d'améliorer la résistance au feu des bardeaux réalisés à partir de ces compositions en les recouvrant de revêtements extérieurs. Ainsi, il existe diverses possibilités d'améliorer le retardement de combustion des bardeaux à base de soufre dans le cadre de la présente invention.

EXEMPLE 2

En utilisant le mode opératoire décrit ci-après, on a réalisé divers bardeaux de couverture à base de soufre dont on a évalué la facilité de manutention et d'aptitude à l'usinage.

Une ou plusieurs couches de mat de fibre de verre sont serrées entre deux barres d'aluminium à section carrée de 1,27 cm. Cette nappe de fibre de verre est ensuite plongée dans une cuve renfermant la composition E au soufre fondu, qui est maintenue à une température de 150°C. Après immersion pendant environ 10 minutes, avec mouvement pour obtenir la saturation, on retire le mat. Lors de son retrait, le mat porte un excès de formulation au soufre. Le mat est ensuite détaché des barres de fixation, posé sur une feuille chaude d'aluminium huilée et introduit dans un four. Lorsque l'ensemble formé par le mat et la feuille s'est stabilisé à 150°C, il est retiré du four en même temps qu'un rouleau d'aluminium de 7,62 cm de diamètre qui se trouve également à 150°C. Le mat est ensuite pressé au rouleau pour éliminer l'excès de composition de revêtement au soufre de manière à

obtenir une épaisseur uniforme et une surface lisse. Lorsque le mat a été pressé au rouleau, il y a un très faible excès de composition au soufre à la partie supérieure, en sorte que la structure du mat imprégnée de composition au soufre plastifié est visible tout comme on peut voir la structure du mat à la partie inférieure d'un bardeau d'asphalte. A ce stade, la partie supérieure du bardeau à base de soufre plastifié devient la partie inférieure du bardeau, attendu qu'il a été retourné et que les granules de couverture y ont été appliqués en excès, après quoi le bardeau est réintroduit dans le four et à nouveau stabilisé à une température de 150°C pour permettre aux granules de se noyer dans la formulation au soufre. Les compositions des bardeaux réalisés par ce procédé sont indiquées ci-après :

Bardeau à l'asphalte (classe C - résidentiel)

- Feutre de papier	30 grammes
- Asphalte	210 grammes
- Granules	217 grammes
TOTAL	457 grammes

Mat monocouche pour bardeau à base de soufre
Pas de granules

- Un seul mat de fibre de verre	6 grammes
- Composition E	140 grammes
TOTAL	146 grammes

Mat de deux couches pour bardeau à base de soufre
Pas de granules

- Deux mats de fibre de verre	12 grammes
- Composition E	193 grammes
TOTAL	205 grammes

Mat de trois couches pour bardeau à base de soufre
Pas de granules

- Trois mats de fibre de verre	18 grammes
- Composition E	262 grammes
TOTAL	280 grammes

Mat monocouche pour bardeau à base de soufre - Granules

- Un seul mat de fibre de verre	6 grammes
- Composition E	202 grammes
- Granules	121 grammes
TOTAL	329 grammes

Mat à deux couches pour bardeau à base de soufre - Granules	
- Deux mats de fibre de verre	12 grammes
- Composition E	256 grammes
- Granules	110 grammes
TOTAL	378 grammes

Mat de trois couches pour bardeau à base de soufre - Granules	
- Trois mats de fibre de verre	18 grammes
- Composition E	502 grammes
- Granules	216 grammes
TOTAL	736 grammes

Ces bardeaux présentent une gamme de propriétés qui s'échelonnent depuis un bardeau flexible et très mince jusqu'à un bardeau rigide et épais. Ils démontrent qu'il existe une latitude considérable dans la construction de bardeaux au moyen de compositions au soufre plastifié. Etant donné que l'utilisation d'un mat et de granules est essentiellement comparable à ce que l'on utilise dans des bardeaux d'asphalte de la classe C, la principale différence entre les deux réside dans la meilleure résistance au feu des bardeaux à base de soufre plastifié. Une particularité remarquable et inattendue des bardeaux à base de soufre réside dans leur flexibilité. Ils ont pratiquement le même degré de flexibilité que des bardeaux d'asphalte.

REVENDICATIONS

1. - Bardeau de couverture non asphaltique à base de soufre ayant une bonne résistance au feu, caractérisé en ce qu'il est essentiellement formé d'un mat de fibres imprégné d'une composition au soufre plastifié comprenant environ 30 à environ 98 % en poids de soufre.

2. - Bardeau de couverture suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'il porte une couche de granules de couverture enrobés dans la composition au soufre plastifié.

3. - Bardeau de couverture suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la composition au soufre plastifié comprend environ 30 à 98 % en poids de soufre, environ 0,2 à 20 % en poids d'un plastifiant et environ 1 à 70 % en poids d'une charge.

4. - Bardeau de couverture suivant la revendication 3, caractérisé en ce que le plastifiant est le dicyclopentadiène.

5. - Bardeau de couverture suivant la revendication 3, caractérisé en ce que la charge est le mica, l'alumine hydratée, la fibre de verre ou leurs mélanges.

6. - Bardeau de couverture suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la composition au soufre plastifié comprend du soufre, du dicyclopentadiène, du mica et de la fibre de verre.

7. - Bardeau de couverture suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la composition au soufre plastifié comprend du soufre, du dicyclopentadiène, du mica, de la fibre de verre, de l'alumine hydratée, de l'anhydride tétrabromophtalique et un polyphosphate d'ammonium.

8. - Bardeau de couverture suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la composition au soufre plastifié comprend du soufre, du dicyclopentadiène, de la fibre de verre, du sable et de l'alumine hydratée.