(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 680 194**
(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : **91 10369**

(51) Int Cl[5] : E 04 B 1/76, 1/94; C 04 B 35/66

(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION A1

(22) **Date de dépôt** : 09.08.91.

(30) **Priorité** :

(43) **Date de la mise à disposition du public de la demande :** 12.02.93 Bulletin 93/06.

(56) **Liste des documents cités dans le rapport de recherche :** *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

(60) **Références à d'autres documents nationaux apparentés :**

(71) **Demandeur(s) :** *Société Anonyme dite: SOCIETE NATIONALE DES POUDRES ET EXPLOSIFS* — FR et *Société Anonyme dite: LES MATERIAUX COMPOSITES APPLIQUES* — FR.

(72) **Inventeur(s) :** Cornelis Bernard, Larrere Yves, Neel Ludovic et Truchet Jean Marc.

(73) **Titulaire(s) :**

(74) **Mandataire :** Cabinet Germain & Maureau.

(54) Procédé d'isolation thermique d'un élément de construction.

(57) Procédé d'isolation thermique d'un élément de construction, vis-à-vis de températures extérieures relativement hautes, notamment en cas d'incendie.

On applique directement sur la surface dudit élément, exposée ou exposable aux hautes températures, une couche durcissable d'un matériau minéral d'isolation thermique à l'état pâteux, constitué par (1) 40 à 95 % en volume par rapport au volume total du matériau d'un liant minéral microporeux qui résulte de la réaction de polycondensation minérale d'une composition à base de silico-aluminates alcalins, et par (2) 5 à 60 % en volume par rapport au volume total du matériau de charges minérales réfractaires.

On fait ou laisse durcir la couche ainsi appliquée, en limitant l'évaporation de l'eau présente à l'origine dans le matériau minéral d'isolation thermique, pour obtenir une enveloppe isolante épousant pour l'essentiel la forme et les dimensions extérieures de ladite surface exposée, et directement maintenue en position sur ledit élément.

FR 2 680 194 - A1

PROCEDE D'ISOLATION THERMIQUE D'UN ELEMENT DE CONSTRUCTION

La présente invention concerne l'isolation thermique d'un élément de construction, vis-à-vis de températures extérieures relativement élevées, par exemple telles que rencontrées en cas d'incendie.

Par "élément de construction", on entend toute partie, pièce, élément, ou organe faisant partie d'une construction, d'un bâtiment, d'un matériel, d'une machine, ou d'un ouvrage. Ressortent notamment de cette définition, aussi bien des parties de construction telles que des poutres, que des éléments intégrés ou fixés sur lesdites constructions, tels qu'un tuyau ou un cable électrique.

Conformément à la demande de brevet français 91 00028 déposée le 3 janvier 1991, dont le contenu est intégré en tant que de besoin à la présente description, on a décrit un nouveau matériau d'isolation thermique possédant à la fois de bonnes caractéristiques mécaniques et une conductivité thermique relativement faible.

Ce nouveau matériau isolant thermique est constitué par (1) 40 % à 95 % en volume par rapport au volume total du matériau d'un liant minéral microporeux qui résulte de la réaction de polycondensation minérale d'une composition à base de silico-aluminates alcalins et par (2) 5 % à 60 % en volume par rapport au volume total du matériau de charges minérales réfractaires.

Ce nouveau matériau présente à l'état solide ou durci une masse volumique apparente faible, une porosité importante, une conductivité thermique faible qui varie très peu avec la température, ce qui lui confère un excellent pouvoir isolant, en particulier vis-à-vis de températures comprises entre environ 600° à 1000° C, et de bonnes propriétés mécaniques dans cette gamme de température. Il est ininflammable, incombustible et ne présente pas de variation dimensionnelle en atmosphère humide. Une partie de l'eau présente au cours de sa préparation reste à l'intérieur du matériau, ce qui lui permet de mieux résister à un flux thermique et d'être un meilleur isolant thermique. Son coût de revient est faible en raison de sa mise en oeuvre à des températures peu élevées, inférieures ou égales à 150° C.

Les liants qui sont utilisés pour réaliser ce matériau sont des liants entièrement obtenus par la polycondensation d'une composition à base de silico-aluminates alcalins, en particulier de sodium et/ou de potassium.

Ils peuvent être de type poly(sialate) (PS) et/ou poly(sialate/siloxo) (PSS).

Des liants de ce type sont par exemple décrits dans les documents FR-A-2 464 227, FR-A-2 489 290 et FR-A-2 489 491, dont le contenu est intégré à la présente description en tant que de besoin.

Les liants préférés sont les liants du type polysialate-disiloxo (PSDS), en particulier de potassium.

Ces liants sont généralement préparés par mélange de deux précurseurs, souvent sous forme d'un liquide et d'une poudre, ou de deux liquides.

Les charges utilisées sont des matières minérales réfractaires telles qu'en particulier des céramiques et des alumino-silicates. Elles sont sous forme de particules granulaires et/ou sous forme de fibres courtes. Leur température de fusion est, en général, supérieure ou égale à 1200° C. Ces charges sont préférentiellement utilisées dans une proportion comprise entre 15 et 55° % en volume, par rapport au volume total du matériau d'isolation thermique. La répartition granulométrique des particules est de préférence large, comprise entre quelques microns et cinq cent microns. Le diamètre des fibres est de préférence inférieur ou égal à 100 microns, et leur longueur est de préférence inférieure ou égale à 10 millimètres.

Les charges minérales réfractaires et le liant minéral microporeux sont généralement mélangés, soit dans un mélangeur à hélice rapide si le volume des charges n'est pas très important, soit dans un malaxeur afin d'obtenir une bonne homogénéisation, pour obtenir un matériau minéral d'isolation thermique à l'état pâteux, prêt à l'emploi. Le temps de malaxage varie de quelques minutes à quelques heures suivant le degré d'homogénéité recherché, et suivant l'aptitude des charges à supporter les contraintes de cisaillement.

Le mélange est ensuite durci, éventuellement avec chauffage, en évitant l'évaporation de l'eau qu'il contient. La température de durcissement est généralement comprise entre 15° et 150° C.

Afin d'améliorer les propriétés mécaniques du matériau d'isolation thermique, on peut lui adjoindre au moins un renfort constitué d'un ou plusieurs feutres, mats ou tissus, identiques ou différents, de nature minérale, organique et/ou métallique. Comme matières qui conviennent bien pour ces renforts, on peut citer le verre, les céramiques par exemple, l'alumine ou le carbure de silicium, les polyesters, les aramides, l'acier inoxydable ou le cuivre.

Un matériau d'isolation thermique tel que décrit précédemment, de nature minérale, possède néanmoins les propriétés, notamment rhéologiques,

d'une résine organique thermo-durcissable. Il peut donc être mis en oeuvre à la manière d'une telle résine.

S'agissant d'un élément de construction, la présente invention a pour objet un procédé permettant d'appliquer commodément le nouveau matériau d'isolation thermique, sur la face exposée ou susceptible d'être exposée aux hautes températures.

Selon la présente invention, de manière générale :

- on applique directement sur la surface de l'élément de construction, exposée ou susceptible d'être exposée aux hautes températures, une couche durcissable d'un matériau minéral d'isolation thermique, à l'état pâteux, tel que défini précédemment, et par conséquent constitué par (1) 40 à 95 % en volume par rapport au volume total du matériau d'un liant minéral microporeux qui résulte de la réaction de polycondensation minérale d'une composition à base de silico-aluminates alcalins, et par (2) 5 à 60 % en volume par rapport au volume total du matériau de charges minérales réfractaires

- on laisse ou fait durcir la couche ainsi appliquée, en limitant l'évaporation de l'eau présente à l'origine dans le matériau minéral d'isolation thermique, pour obtenir une enveloppe isolante épousant pour l'essentiel la forme et les dimensions extérieures de la surface exposée, et directement maintenue en position, c'est-à-dire sans moyens de fixation rapportés sur ledit élément.

Pour obtenir la couche durcissable du matériau d'isolation thermique, au moins l'un quelconque des modes opératoires suivants peut être utilisé :

- on dispose une enveloppe étanche, par exemple un film plastique thermo-soudé, en vis-à-vis et à distance de la surface exposée de l'élément de construction, pour ménager un volume de coffrage du matériau pâteux d'isolation thermique, et on coule ce dernier dans le coffrage ainsi formé, pour obtenir la couche durcissable

- de manière un peu différente au mode précédemment décrit, on dispose une enveloppe, rigide ou non, avec des orifices de fuite contrôlés, en vis-à-vis et à distance de la surface exposée de l'élément de construction, pour ménager un volume de réception du matériau pâteux d'isolation thermique, et on injecte sous pression ledit matériau dans le coffrage ainsi formé, pour obtenir la couche durcissable

- on applique à l'état divisé, par exemple à la truelle, le matériau pâteux d'isolation thermique, sur la surface exposée de l'élément de

construction, et éventuellement on égalise ou tasse ce matériau ainsi appliqué, pour obtenir la couche durcissable ; lorsque la surface exposée est une surface courbe de révolution, la couche durcissable obtenue comme précédemment peut être mise sous tension, par un film ou renfort textile bobiné à l'extérieur de la couche

- on applique une certaine épaisseur du matériau pâteux d'isolation thermique sur un support fibreux inerte, pour obtenir une nappe imprégnée avec ledit matériau, puis on applique cette nappe sur la surface exposée, éventuellement avec un compactage, pour obtenir la couche durcissable

- enfin, on introduit le matériau pâteux d'isolation thermique dans une enveloppe textile allongée, du type boudin, et on entoure la surface exposée de l'élément de construction avec ledit boudin, pour obtenir la couche durcissable.

En ce qui concerne le durcissement de la couche pâteuse du matériau d'isolation thermique, obtenue comme précédemment, les conditions opératoires suivantes peuvent être mises en oeuvre :

- la température minimale ambiante est d'au moins 15° C

- comme déjà indiqué, cette phase de durcissement doit s'effectuer en atmosphère ou milieu aqueux, ce qui peut être obtenu, soit par une protection externe, du type film plastique, pour empêcher l'évaporation de l'eau contenue dans la pâte, soit sous atmosphère saturée en humidité, au contact de la surface extérieure de la pâte

- le durcissement peut être activé par voie thermique, par exemple avec de l'air chaud pulsé, ou un chauffage par infra-rouges.

Le mode d'exécution de l'invention préféré est le suivant :

- le matériau minéral d'isolation thermique est un liant tel qu'obtenu précédemment, mélangé à une charge de microballons en alumino-silicates

- un coffrage constitué par un film thermo-plastique en polyéthylène par exemple, est disposé et thermosoudé autour de l'élément de construction à protéger

- un renfort textile, tel qu'un mat à fils continus de fibres de verre, par exemple un mat vendu sous la marque "UNIFILO" déposée par la Société VETROTEX

- puis le matériau pâteux d'isolation minérale est injecté ou coulé dans le coffrage

- du fait de l'étanchéité du film formant coffrage, la réticulation ou le durcissement interviennent dans les meilleures conditions

- après durcissement, le film plastique peut être laissé en place, ou retiré pour permettre un séchage rapide de la couche durcie du matériau minéral d'isolation thermique.

On peut ainsi obtenir une protection thermique classée M_0, c'est-à-dire non combustible selon la norme française NF P92-507, et F_0, c'est-à-dire sans dégagement de fumées toxiques selon la norme français NF F16-101.

La présente invention est maintenant décrite à titre d'exemple non limitatif.

Le matériau isolant est préparé à partir des ingrédients suivants :

(1) précurseur liquide GP 70 AN de la résine du type PSDS, vendu par la Société GEOPOLYMERE

39 parties en poids

(2) précurseur en poudre GP 140 B, vendu par la Société GEOPOLYMERE

31 parties en poids

(3) micro-ballons en alumino-silicates (poids spécifique : 0,7, répartition granulométrique : 10 à 200 µm, point de fusion : 1200° C)

30 parties en poids

Les ingrédients (1) et (2) sont mélangés dans un mélangeur à hélice rapide pendant 15 minutes, et on laisse reposer le mélange pendant 2 à 3 heures à la température ambiante. On imprègne ensuite avec ce mélange les microballons dans un mélangeur à hélice rapide.

Le matériau d'isolation thermique, à l'état pâteux est déposé et imprègne des bandes d'un renfort fibreux constitué par un mat de marque "UNIFILO" de fibres de verre (masse surfacique de 450 g/m²), ayant une largeur de 200 mm et une longueur de 300 mm. Sur chaque bande, la masse surfacique du matériau d'isolation pâteux est sensiblement égale à 2500 g/m².

Les bandes ainsi imprégnées sont bobinées et compactées par serrage sur l'élément de construction à protéger, en l'occurrence une poutrelle d'acier constituée d'un fer en "T" de 60 mm et de longeur égale à 1,50 m. L'enveloppe isolante obtenue résulte de la juxtaposition de cinq bandes telles que précédemment, bobinées avec un pas réduit. L'épaisseur obtenue en ce qui concerne le matériau durci d'isolation thermique, et compte tenu du

foisonnement de ce dernier, est de 20 mm plus ou moins 5 mm.

Le durcissement du matériau d'isolation thermique a été obtenu à température ambiante, en 48 heures. L'atmosphère saturée en humidité, nécessaire pendant la phase de durcissement, a été obtenue avec une housse d'un film plastique, fermée et étanchée par collage ou soudure. L'ensemble isolé ainsi obtenu, préalablement débarassé de sa housse plastique, a été soumis à un échauffement selon la norme ISO 834.

L'ensemble précité ou échantillon a été placé sur des profilés métalliques adaptés, à environ 150 mm du fond d'un foyer, et parallèlement à des brûleurs fonctionnant au propane.

Une seule sonde de mesure de la température a été disposée entre le métal de la poutre et l'enveloppe isolante, à angle droit du pied de l'âme.

Durant les quinze premières minutes, l'enveloppe constitue un excellent isolant thermique. Par la suite, la température s'élève, mais manifestement par conduction au sein de la matière, mais avec une différence de température importante entre le foyer et le métal, ce qui évite le fluage et l'oxydation rapide de ce dernier.

Après l'essai, l'examen ne révèle pas de modifications notables de la poutre, hormis au niveau du recouvrement des bandes qui présente un aspect fragile en surface.

REVENDICATIONS

1/ Procédé d'isolation thermique d'un élément de construction, vis-à-vis de températures extérieures relativement hautes, notamment en cas d'incendie, caractérisé en ce que :

- on applique directement sur la surface dudit élément, exposée ou exposable aux hautes températures, une couche durcissable d'un matériau minéral d'isolation thermique à l'état pâteux, constitué par (1) 40 à 95 % en volume par rapport au volume total du matériau d'un liant minéral microporeux qui résulte de la réaction de polycondensation minérale d'une composition à base de silico-aluminates alcalins, et par (2) 5 à 60 % en volume par rapport au volume total du matériau de charges minérales réfractaires

- on fait ou laisse durcir la couche ainsi appliquée, en limitant l'évaporation de l'eau présente à l'origine dans le matériau minéral d'isolation thermique, pour obtenir une enveloppe isolante épousant pour l'essentiel la forme et les dimensions extérieures de ladite surface exposée, et directement maintenue en position sur ledit élément.

2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le liant du matériau minéral d'isolation thermique est un poly(sialate) et/ou poly(sialate-siloxo) de sodium et/ou potassium.

3/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le liant du matériau minéral d'isolation thermique est un poly(sialate-disiloxo) de potassium.

4/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le volume des charges est compris entre 15 et 55 % par rapport au volume total du matériau minéral d'isolation thermique.

5/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les charges minérales réfractaires du matériau minéral d'isolation thermique ont une température de fusion supérieure ou égale à 1200° C.

6/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les charges minérales du matériau minéral d'isolation thermique sont sous forme de particules granulaires et/ou sous forme de fibres courtes.

7/ Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que les particules des charges minérales ont une répartition granulométrique comprise entre quelques microns et 500 microns, et/ou les fibres courtes des charges minérales ont un diamètre inférieur ou égal à 100 microns et une longueur inférieure ou égale à 10 millimètres.

8/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la couche de matériau minéral d'isolation thermique comporte au moins un renfort constitué par un ou plusieurs mats, feutres ou tissus identiques ou différents, de nature minérale, organique et/ou métallique.

9/ Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la matière du renfort est choisie parmi le verre, les céramiques, les polyesters, les aramides, l'acier inoxydable et le cuivre.

10/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le matériau minéral d'isolation thermique à l'état pâteux est obtenu par mélange du liant minéral microporeux et des charges minérales réfractaires.

11/ Procédé de fabrication selon la revendication 1, caractérisé en ce que le durcissement est effectué à une température de 15° à 150° C.

12/ Procédé selon la revendicaiton 1, caractérisé en ce que l'enveloppe isolante est séchée, après durcissement.

13/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on dispose une enveloppe étanche en vis-à-vis et à distance de la surface exposée, pour ménager un volume de coffrage du matériau pâteux d'isolation thermique, et on coule ledit matériau dans le coffrage ainsi formé, pour obtenir la couche durcissable.

14/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on dispose une enveloppe avec des orifices de fuite contrôlée, en vis-à-vis et à distance de la surface exposée, pour ménager un volume de réception du matériau pâteux d'isolation thermique, et on injecte ledit matériau dans le coffrage ainsi formé, pour obtenir la couche durcissable.

15/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on applique à l'état divisé le matériau pâteux d'isolation thermique, sur la surface exposée, et éventuellement on égalise ou tasse le matériau ainsi appliqué, pour obtenir la couche durcissable.

16/ Procédé selon la revendication 15, appliqué à une surface exposée de révolution, caractérisé en ce que la couche durcissable est mise sous tension par un film ou renfort textile bobiné à l'extérieur de ladite couche.

17/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on applique une épaisseur du matériau pâteux d'isolation thermique sur un support fibreux inerte, pour obtenir une nappe imprégnée avec ledit matériau, puis on applique ladite nappe sur la surface exposée, éventuellement avec compactage, pour obtenir la couche durcissable.

18/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on introduit le matériau pâteux d'isolation thermique dans une enveloppe textile allongée, de type boudin, et on entoure la surface exposée avec ledit boudin, pour obtenir la couche durcissable.

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

2680194
N° d'enregistrement national

RAPPORT DE RECHERCHE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

FR 9110369
FA 464897

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendications concernées de la demande examinée
Y	FR-A-2 651 270 (ETABLISSEMENTS G. KLEIN)	1-6,8-12
Y	GEOPOLYMER '88 vol. 2, UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE, COMPIEGNE pages 315 - 324; J.ORLINSKI: 'Composites à Matrices Minérales de type Géopolymère'	1-6,8-12
A	CERAMIC ENGINEERING AND SCIENCE PROCEEDINGS. vol. 9, no. 7/8, Juillet 1988, US pages 835 - 842; J.DAVIDOVITS AND M.DAVIDOVICS: 'Geopolymer: Room-Temperature Ceramic Matrix for Composites'	1-3,5
D,A	FR-A-2 464 227 (CORDI SA)	
E	FR-A-2 659 963 (CORDI-GEOPOLYMERE S. A.) * revendications 1,6 ; page 3, ligne 38 - page 4, ligne 38 ; exemples 1, 2, 3, 6.	1 à 6, 8 à 12, 17

DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)

C04B

Date d'achèvement de la recherche
28 AVRIL 1992

Examinateur
THEODORIDOU E.

1

EPO FORM 1503 03.82 (P0413)

CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons

& : membre de la même famille, document correspondant