

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

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

2 582 010

②① N° d'enregistrement national :

85 07440

⑤① Int Cl⁴ : C 08 L 95/00; B 32 B 11/00; C 09 D 3/24; E 04 B
1/98 // (C 08 L 95/00, 53:02).

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 15 mai 1985.

③① Priorité :

④③ Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 47 du 21 novembre 1986.

⑥① Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦① Demandeur(s) : Société anonyme dite : SOCIÉTÉ FRAN-
ÇAISE DES PÉTROLES BP. — FR.

⑦② Inventeur(s) : Bruno Lapabe-Goastat et Christian Pillot.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : Bureau D. A. Casalonga, Office Josse et
Petit.

⑤④ Composition à base de bitume et d'élastomères et leur application à l'amortissement des vibrations.

⑤⑦ L'invention est relative à une composition à base de
bitume élastomère possédant des propriétés d'amortissement
des vibrations, caractérisée par le fait qu'elle comprend 70 à
95 % en poids d'un composant constitué par un bitume à
haut indice de pénétration, et ayant une pénétration à 25 °C
comprise entre 20 et 250 dixièmes de millimètre et 5 à 30 %
d'un polymère élastomère.

FR 2 582 010 - A1

D

Composition à base de bitume et d'élastomères et leur application à l'amortissement des vibrations.

La présente invention a pour objet des compositions à base de bitume et d'un élastomère, possédant des propriétés d'amortissement des vibrations.

Cette invention a été réalisée par Monsieur Christian PILLOT du CERMAC (Laboratoire des Matériaux Macromoléculaires de l'INSA à LYON) et par Monsieur Bruno LAPABE-GOASTAT.

Il est connu, dans l'état de la technique, d'incorporer des polymères dans un bitume pour en modifier les propriétés physiques en vue de certaines applications, notamment d'amortissement.

C'est ainsi que le brevet français n° 74 18124 décrit une matière insonorisante constituée essentiellement de bitume, de polystyrène et d'une charge minérale utilisée comme matière amortissante.

Le brevet français 72 37091 décrit un mélange insonorisant contenant un bitume, une résine synthétique telle que du polystyrène, une matière fibreuse et une charge minérale.

Les compositions amortissantes sont utilisées essentiellement dans les techniques d'amortissement en revêtement simple ou contraint.

Plusieurs procédés peuvent être mis en oeuvre pour utiliser au mieux les matériaux viscoélastiques à propriété d'amortissement en vue de confier aux structures un amortissement le plus élevé possible.

On peut citer plus particulièrement les revêtements simples dans lesquels on répartit sur la surface de la structure partiellement ou totalement une couche de matériau viscoélastique fortement lié à la structure. Le matériau viscoélastique est soumis à des contraintes de traction lorsque la structure se déforme en flexion. On peut ainsi dissiper une partie de l'énergie mise en jeu. Cette technique donne de bons résultats pour les couches élastiques de faible épaisseur, si le matériau viscoélastique a non seulement un coefficient d'amortissement intrinsèque élevé, mais aussi un fort module d'Young.

Les revêtements contraints ou en "sandwich" consistent à intercaler une couche viscoélastique entre deux couches élastiques telles que l'acier, l'aluminium. Lorsque la structure se déforme en flexion, le matériau viscoélastique est alors soumis à une forte contrainte en cisaillement.

Le procédé donne de bons résultats si le dimensionnement du sandwich est optimisé. Des programmes de calcul existent, qui permettent de déterminer l'amortissement que l'on peut ainsi espérer conférer aux structures.

Cette technique nécessite un matériau viscoélastique ayant un coefficient d'amortissement intrinsèque élevé et un module d'Young compris entre 10^6 et 10^8 N/m².

D'une façon générale, on utilise pour l'amortissement simple des matières bitumineuses projetées ou spatulées sur la structure à amortir, et pour l'amortissement contraint, on utilise des polymères spéciaux.

Les produits bitumineux du type de ceux décrits ci-dessus, conduisent habituellement à un amortissement composite médiocre du fait de leur faible module de rigidité, et l'adjonction de charge est donc indispensable.

La présente invention a pour objet une nouvelle composition bitumineuse pouvant être utilisée sans charge, composée d'un bitume spécial dit à haut indice de pénétration, d'un polymère de type styrène-butadiène-styrène conduisant à des amortissements composites de l'ordre de 0,2 en revêtement contraint dans une très large gamme de températures.

L'invention a également pour objet un procédé de préparation d'un tel produit ainsi qu'un procédé mettant en oeuvre ce produit.

D'autres objets apparaîtront à la lecture de la description des exemples qui suivent.

La composition conforme à l'invention à base de bitume et d'un élastomère et possédant des propriétés d'amortissement des vibrations, est essentiellement caractérisée par le fait qu'elle contient :

- 70 à 95% en poids d'un bitume à haut indice de pénétration, la valeur de cet indice pouvant varier entre +1 et +7, un tel bitume peut être obtenu par exemple par oxydation, en présence d'un catalyseur, d'un résidu de distillation atmosphérique d'un pétrole brut ou d'un résidu de distillation sous vide de ce pétrole, ou d'un mélange de ces résidus, ayant une pénétration à 25°C comprise entre 20 et 250 dixièmes de mm, et

- 5 à 30% d'un polymère élastomère.

Le polymère est plus particulièrement un polymère styrène-butadiène-styrène.

Un polymère particulièrement préféré est un polymère ramifié par opposition aux polymères linéaires et étoilés.

Le bitume mis en oeuvre conformément à l'invention a de préférence une pénétration à 25°C comprise entre 180 et 200. De tels bitumes peuvent être fabriqués suivant les procédés décrits dans le brevet français 1264615.

Cette composition peut également contenir, spécialement dans le cas de l'utilisation dans la technique de l'amortissement simple, de faibles quantités de charges. On peut ainsi introduire dans le mélange une charge du type mica (vermiculite) lamellaire, alliée à une petite quantité du carbonate de calcium (charge sphérique) améliorant le module de rigidité du matériau amortissant sans trop nuire aux propres qualités amortissantes de l'association bitume-polymère.

Les compositions conformes à l'invention peuvent être préparées par incorporation du polymère dans un malaxeur à une température la plus proche possible de 200°C sans que cette valeur soit dépassée, sous peine de dégradation de ses qualités.

Le temps de malaxage peut être approximativement compris entre 1 et 3 heures, et de préférence de l'ordre de 2 heures.

On peut augmenter la compacité du mélange ainsi préparé par calandrage, mais il est également possible de couler directement des plaques de ce mélange sur la plaque de contrainte entrant dans la composition du composite.

Dans le cas où on utilise le mélange suivant la technique de l'amortissement contraint, le produit composite se présente sous la

forme d'une feuille d'amortissement couverte sur une face par une couche protectrice dite plaque de contrainte, et sur l'autre par un papier de démoulage ou encore par un papier adhésif double face facilitant l'application du composite sur la structure métallique à amortir. Cette caractéristique n'est toutefois pas indispensable, le mélange bitume styrène-butadiène-styrène étant naturellement auto-adhésif.

Le papier de démoulage peut également être remplacé par un film thermoplastique tel que par exemple un film de polyéthylène, ce qui facilite l'empilement et l'expédition de la matière par élimination du collage.

Dans l'application de la composition revendiquée, dans un revêtement contraint du type "sandwich", l'utilisation de la composition conforme à l'invention permet d'apporter de bonnes qualités amortissantes, un module de rigidité relativement faible supportant l'utilisation d'une plaque de contrainte peu rigide, par exemple une feuille d'aluminium de 2/10ème de mm, alors que les polymères spéciaux actuellement utilisés nécessitent des plaques plus rigides telles que des plaques d'acier.

Ces avantages sont particulièrement appréciables lorsqu'on envisage une utilisation comme plaque à poser en kit, par exemple sur des structures à surface courbe ou irrégulière (canalisations, etc.).

Les exemples suivants sont destinés à illustrer l'invention sans pour autant présenter un caractère limitatif.

EXEMPLE 1

On a préparé un mélange de bitume spécial dit à haut indice de pénétration HIP avec un polymère styrène-butadiène-styrène.

Le bitume HIP est préparé en injectant de l'air dans une tour de soufflage portée à 240°C et alimentée par un mélange 50/50 d'un résidu atmosphérique de pétrole brut et de résidu sous vide de ce même pétrole, en présence d'un catalyseur acide du type acide orthophosphorique en quantité égale à 2,5-3% en poids.

Le mélange alimenté a une pénétration d'environ 400 dixièmes de millimètre à 25°C.

On fait réagir l'ensemble pour obtenir un bitume HIP de pénétration 190 dixièmes de millimètre à 25°C et un point de ramollissement de 57°C pendant 3 heures 10 pour un débit d'air de 410 l/h dans une tour de capacité 1,5 kg.

5 La mesure des valeurs de pénétration de ce bitume à différentes températures donne une valeur de l'indice de pénétration qui est une caractéristique du tracé du logarithme des pénétrations en fonction du logarithme des températures, égale à + 1,6, qui est une valeur caractérisant un bitume peu susceptible aux variations de température. Ce bitume HIP permettra d'apporter à la composition visco-
10 élastique conforme à l'invention sa bonne tenue mécanique sur une large gamme de températures.

On incorpore ensuite dans un récipient porté à 200°C, 82% en poids de ce bitume, et d'autre part 8% en poids d'un polymère sty-
15 rène-butadiène-styrène commercialisé par la Société SHELL CHIMIE.

Le temps de mélange est de 2 heures. Le bitume-polymère final présente un point de ramollissement de 125°C, une pénétration de 60 dixièmes de millimètre. Il est coulé sur une plaque d'acier de 1 mm d'épaisseur, représentant la structure à amortir et de manière à ce
20 que l'épaisseur de la composition viscoélastique soit de 1,5 mm. Une plaque de contrainte en acier de 0,6 mm d'épaisseur est alors déposée et on termine le composite.

On fait subir au mélange viscoélastique des essais de tenue à froid et à chaud, tout en déterminant son module de rigidité et son
25 angle de perte sur viscoélasticimètre Métravib. On mesure pour le composite en plaque de contrainte le coefficient d'amortissement dans les conditions déterminées.

La tenue au froid consiste à mesurer la pliabilité d'éprouvettes de 20 mm x 100 mm x 2 mm dans une chambre froide.

30 La tenue à chaud consiste à mesurer le fluage d'éprouvettes de 40 x 40 x 4 mm déposées sur un plan incliné à 45°C dans une étuve portée à 100°C.

On a obtenu les résultats suivants :

a) Fluage à 100°C = 2 mm en 24 heures

b) Pliabilité limite du viscoélastique = -25°C

c) Caractéristiques viscoélastiques du mélange polymère-bitume :

5	$f = 62,5 \text{ Hz à } T = 40^{\circ}\text{C}$	$E' = 2.10^6 \text{ N/m}^2$	$tg = 0,65$
	$f = 62,5 \text{ Hz à } T = 20^{\circ}\text{C}$	$E' = 3.10^6 \text{ N/m}^2$	$tg = 0,65$
	$f = 62,5 \text{ Hz à } T = 0^{\circ}\text{C}$	$E' = 3.10^6 \text{ N/m}^2$	$tg = 0,65$

d) Coefficient d'amortissement du composite :

10	$f = 62,5 \text{ Hz à } T = 40^{\circ}\text{C}$	$= 0,30$
	$f = 62,5 \text{ Hz à } T = 20^{\circ}\text{C}$	$= 0,25$
	$f = 62,5 \text{ Hz à } T = 0^{\circ}\text{C}$	$= 0,25$

On constate la très faible influence de la température sur la valeur du module de rigidité de la composition et donc ses qualités inchangées dans un domaine appréciable.

Le coefficient d'amortissement du composite est lui aussi très constant.

EXEMPLE 2

20 A titre comparatif, on a préparé un mélange d'un bitume classique avec le même polymère. On mélange dans un récipient porté à 200°C , d'une part 86% en poids d'un bitume de distillation directe de pénétration 188 dixièmes de millimètre à 25°C et de point de ramollissement 36°C , et dont l'indice de pénétration est -1,1 et d'autre
25 part 14% en poids d'un polymère styrène-butadiène-styrène commercial ramifié, vendu par la Société SHELL CHIMIE.

Le temps de mélange est de 2 heures. Le bitume polymère final présente un point de ramollissement de 125°C et une pénétration de 70 dixièmes de millimètre. Il est coulé sur une plaque d'acier de 1 mm d'épaisseur représentant la structure à amortir et ceci de manière à
30 ce que l'épaisseur viscoélastique soit de 1,5 mm. Une plaque de contrainte en acier de 0,6 mm d'épaisseur est alors déposée et on termine le composite.

On fait subir au mélange viscoélastique des essais de tenue à
35 froid et à chaud tout en déterminant son module de rigidité et son

angle de perte sur viscoélasticimètre Métravib. On mesure pour le composite en plaque de contrainte son coefficient d'amortissement dans les conditions déterminées.

La tenue à froid et à chaud est déterminée comme indiqué ci-dessus.

Les résultats sont les suivants :

a) Fluage à 100°C = 80 mm en 24 heures

b) Pliabilité limite du viscoélastique = -25°C

c) Caractéristiques viscoélastiques du mélange bitume-polymère :

$f = 62,5 \text{ Hz}$ à $T = 40^{\circ}\text{C}$ $E' = 2,10^5 \text{ N/m}^2$; $\text{tg} = 1$

$f = 62,5 \text{ Hz}$ à $T = 20^{\circ}\text{C}$ $E' = 2.10^6 \text{ N/m}^2$; $\text{tg} = 0,9$

$f = 62,5 \text{ Hz}$ à $T = 0^{\circ}\text{C}$ $E' = 2.10^7 \text{ N/m}^2$; $\text{tg} = 0,5$

d) Coefficient d'amortissement du composite :

$f = 62,5 \text{ Hz}$ à $T = 40^{\circ}\text{C}$ = 0,50

$f = 62,5 \text{ Hz}$ à $T = 20^{\circ}\text{C}$ = 0,20

$f = 62,5 \text{ Hz}$ à $T = 0^{\circ}\text{C}$ = 0,015

On constate que le module de rigidité du matériau est vite décroissant lorsque la température augmente et que l'amortissement à froid est très vite insuffisant dans un système précontraint.

REVENDICATIONS

1. Composition à base de bitume élastomère possédant des propriétés d'amortissement des vibrations, caractérisée par le fait qu'elle comprend 70 à 95% en poids d'un composant constitué par un bitume à haut indice de pénétration, et ayant une pénétration à 25°C comprise entre 20 et 250 dixièmes de millimètre et 5 à 30% d'un polymère élastomère.
2. Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait que le bitume a un indice de pénétration compris entre +1 et +7.
3. Composition selon les revendications 1 ou 2, caractérisée par le fait que le bitume est obtenu par oxydation en présence d'un catalyseur d'un résidu de distillation atmosphérique d'un pétrole brut ou d'un résidu de distillation sous vide de ce pétrole ou d'un mélange des deux.
4. Composition selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée par le fait que le polymère est constitué par un polymère styrène-butadiène-styrène ramifié.
5. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée par le fait que le bitume a une pénétration à 25°C comprise entre 180 et 200.
6. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée par le fait qu'elle contient en plus une faible quantité de charges.
7. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée par le fait que la charge est constituée par une charge lamellaire associée à une charge sphérique.
8. Procédé de préparation d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé par le fait que l'on incorpore ledit polymère dans le bitume dans un malaxeur à une température voisine de 200°C.
9. Utilisation de la composition telle que définie dans l'une quelconque des revendications 1 à 7 dans un revêtement contraint.
10. Revêtement contraint caractérisé par le fait qu'il comporte une couche viscoélastique constituée par la composition telle que définie dans l'une quelconque des revendications 1 à 7, entre deux couches élastiques.