

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①① N° de publication : 2 804 677

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national : 00 01611

⑤① Int Cl⁷ : C 04 B 26/26 // (C 04 B 26/26, 14:42, 16:06) C 04 B
111:27, 111:60

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 09.02.00.

③⑦ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 10.08.01 Bulletin 01/32.

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

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : VETROTEX FRANCE Société ano-
nyme — FR.

⑦② Inventeur(s) : DROUX MICHEL.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : SAINT GOBAIN RECHERCHE.

⑤④ VOILE DE VERRE ET SON UTILISATION POUR DES REVETEMENTS D'ETANCHEITE.

⑤⑦ L'invention concerne un voile à base de fibres utilisable pour la constitution de membranes bitumineuses, comprenant des fibres de verre, des fibres organiques et un liant, caractérisé en ce que les fibres organiques ont un taux de retrait à 130°C inférieur ou égal à 5%.

L'invention concerne également une membrane bitumineuse comprenant un substrat enduit, revêtu ou imprégné d'une matrice bitumineuse, dans laquelle le substrat est un voile comme ci-dessus.

Le voile et la membrane sont utilisables pour la réalisation de couverture et/ou d'étanchéité.

FR 2 804 677 - A1





VOILE DE VERRE ET SON UTILISATION POUR DES REVETEMENTS D'ETANCHEITE

5

La présente invention se rapporte au domaine des matériaux en feuilles
10 à base de fibres et concerne plus particulièrement un voile de verre utilisable
en tant que substrat pour la réalisation de produits enduits, revêtus ou
imprégnés de bitume, notamment pour des applications de couverture et/ou
d'étanchéité.

Dans le domaine de la couverture ou de l'étanchéité, il est connu
15 d'utiliser des membranes bitumineuses que l'on applique sur la surface à
couvrir ou à étancher. Ces membranes sont généralement constituées d'un
substrat en feuille enduit ou imprégné d'une matrice bitumineuse.

Les matériaux en feuille peuvent être de nature diverses et sont
20 usuellement obtenus à partir de fibres organiques ou minérales, de préférence
sous la forme de non tissés.

Parmi les matériaux utilisables, les voiles de verre présentent un grand
intérêt car ils garantissent la stabilité dimensionnelle dans le temps de la
membrane bitumineuse.

Les voiles de verre peuvent être obtenus par toute technique connue en
25 soi, en particulier la technique dite par voie humide, décrite notamment dans
l'ouvrage de référence *The Manufacturing Technology of Continuous Glass
Fibres*, K. L. LOEWENSTEIN, Ed. ELSEVIER, 2^e édition, 1983, pp 315-317.
Cette technique, qui s'apparente aux techniques papetières, consiste à
30 préparer une suspension aqueuse de fibres de verre coupées, déposer cette
suspension en une pellicule sur un tapis filtrant soumis à une succion pour
éliminer une partie de l'eau de la pellicule déposée, appliquer une composition
de liant sur la pellicule humide, sécher le voile et réticuler le liant dans une
étuve, puis conditionner le voile de la manière désirée. Le produit final se
35 présente sous forme d'une feuille assez fine (épaisseur de l'ordre de 0,2 à 0,8
mm) généralement conditionnée en rouleaux.

Le liant est souvent une composition aqueuse à base de résine urée-formol, cette résine présentant une tenue en température satisfaisante aux températures de mise en œuvre ultérieure du bitume d'imprégnation.

5 Les voiles de verre présentent toutefois l'inconvénient d'une relativement faible résistance à la déchirure, ce qui pénalise le confort d'utilisation et contraint notamment l'utilisateur à prendre des précautions lors de la manipulation pour constituer la membrane ou la poser sur la toiture.

Pour remédier à cet inconvénient, il existe des substrats complexes qui associent un voile à base de fibres organiques présentant une bonne
10 résistance à la déchirure et une grille de verre conférant la stabilité dimensionnelle à l'ensemble. Ces complexes qui associent deux produits intermédiaires sont cependant d'une fabrication compliquée.

L'invention a pour but de proposer un matériau à base de verre dont la
15 résistance à la déchirure soit améliorée, sans que sa fabrication soit plus compliquée que celle d'un voile traditionnel.

EP-A-0 763 505 décrit un mat de fibres de verre pour la fabrication de bardeaux de toiture bitumineux, dont la résistance est améliorée grâce à un liant urée-formol modifié par un additif vinylique autoréticulable. Dans ce mat, une proportion mineure de fibres peut n'être pas constituée de verre, et être
20 notamment choisie parmi des fibres organiques telles que du Nylon®, du polyester, du polyéthylène, du polypropylène. Ce document ne donne pas d'indication précise sur ces fibres organiques, et ne contient aucun exemple particulier illustrant cette possibilité.

La présente invention est basée sur la découverte que de nombreuses
25 fibres organiques ne se prêtent pas convenablement à la fabrication d'un voile et ont même un effet très négatif sur les propriétés du voile dans l'application aux couvertures bitumineuses, mais qu'une sélection très précise des matières synthétiques permet de surmonter cet inconvénient.

A cet égard, l'invention a pour objet un voile à base de fibres utilisable
30 pour la constitution de membranes bitumineuses, comprenant des fibres de verre et des fibres organiques liées par un liant, caractérisé en ce que les fibres ont un taux de retrait à 130°C inférieur ou égal à 5%.

Le choix de fibres organiques selon le critère ci-dessus confère au voile
35 une bonne qualité, et en particulier une résistance mécanique et thermique compatible avec l'utilisation ultérieure d'imprégnation par du bitume, alors que

les autres fibres confèrent au voile une résistance thermique et/ou mécanique insuffisante.

5 En premier lieu, les fibres organiques utilisées dans la fabrication de voile ont un point de fusion élevé pour éviter leur dégradation dans toutes les étapes thermiques de la fabrication du voile, notamment séchage et réticulation en étuve, et de mise en œuvre du voile, en particulier au contact du liant bitumineux. De manière générale, la matière organique synthétique est choisie pour avoir un point de fusion supérieur à environ 220°C.

10 Selon l'invention les fibres sont sélectionnées en fonction de leur taux de retrait thermique : cette grandeur correspond à la variation dimensionnelle, en l'espèce un raccourcissement, de la fibre après qu'elle a été exposée à une température donnée pendant un temps défini. Pour cela, on mesure la longueur initiale L_i de la fibre avant échauffement, puis la longueur finale L_f , le taux de retrait r étant égal à

15
$$r = (L_i - L_f) / L_i \text{ . (en pourcentage)}$$

Les taux de retrait déterminants selon l'invention sont exprimés pour une température de 130 °C produite dans une atmosphère de vapeur pendant une durée de 30 min.

20 Selon l'invention, le retrait est choisi inférieur ou égal à 5%, de préférence à 4%, en particulier à 3%, par exemple de l'ordre de 2 à 3%.

Avantageusement, cette qualité de fibre peut être obtenue à partir de matériaux polymères semi-cristallins, en particulier dont le procédé de filage permet de réaliser un étirage qui augmente le taux de cristallinité.

25 Les fibres répondant aux exigences de l'invention peuvent être trouvées parmi les fibres de polyester, notamment polytéréphtalate d'alkylène, en particulier polytéréphtalate d'éthylène.

On préfère les fibres organiques adaptées aux procédés de fabrication de non tissés par voie humide, qui contiennent un ensimage permettant la dispersion dans l'eau des filaments individuels.

30 Les fibres organiques peuvent avoir des dimensions variables, avec un diamètre moyen de l'ordre de 7 à 25 μm , pour un titre de l'ordre de 0,5 à 2 dtex. Les fibres sont avantageusement coupées à une longueur de l'ordre d'une ou quelques dizaines de millimètres, notamment de 6 à 30 mm.

35 L'effet des fibres organiques est bien perceptible dès 5 % en poids par rapport au poids total de fibres. La proportion de fibres organiques est

avantageusement de l'ordre de 5 à 30%, notamment de 20 à 30 % , en particulier d'environ 25% en poids par rapport au poids total de fibres.

Les fibres de verre utilisées selon l'invention sont d'un type conventionnel pour la réalisation de voile, de préférence sous forme de fils coupés, à une longueur de l'ordre de la dizaine de millimètres, notamment de 6 à 30 mm, de préférence d'environ 10 à 20 mm, par exemple 12 à 18 mm. Il est entendu qu'une certaine proportion de fils (par exemple 5 à 10%) peuvent être coupés à une longueur jusqu'à 100 mm. Par ailleurs, on peut introduire dans le voile du fil continu, notamment du fil de verre, en tant que renforcement dans la direction longitudinale.

Le liant utilisé pour constituer le voile est avantageusement à base de résine urée-formol, de préférence modifiée avec des additifs vinyliques et/ou acryliques, de la façon connue notamment de US-4 681 802, EP-A-0 763 505. Le taux de liant est généralement de 15 à 30 % en poids de matière sèche par rapport au voile.

Le voile est fabriqué avec un grammage habituel pour les voiles de verre, de l'ordre de 30 à 150 g/m², en particulier de 50 à 120 g/m².

Compte tenu de la différence de densité entre le verre et les fibres organiques, la quantité de matière dans le voile selon l'invention pour un grammage donné est un peu supérieure à celle contenue dans un voile de verre, ce qui se traduit par une épaisseur relativement plus élevée et/ou par une porosité inférieure. La porosité est par exemple de l'ordre de 1500 à 1900 l/m²s pour un voile de 50 g/m².

Le voile selon l'invention étant particulièrement adapté aux applications d'étanchéité et/ou de couverture, l'invention a également pour objet une membrane bitumineuse comprenant un substrat enduit, revêtu ou imprégné d'une matrice bitumineuse, caractérisée en ce que le substrat est un voile tel que décrit précédemment.

La matrice bitumineuse peut être choisie parmi les matrices connues en soi : bitume naturel, modifié ou non, ou liant synthétique, tel que « liant clair » permettant notamment de donner à la membrane une couleur décorative.

Les exemples suivants, donnés à titre non limitatif, illustrent l'invention.

Exemple 1

On prépare une suspension aqueuse de fibres dans laquelle les fibres

comprennent :

- 75 % en poids de fil de verre E coupé, ayant un diamètre de filament de 10 μm et une masse linéique de 360 tex, la longueur de coupe étant de 12 mm
- 5 - 25 % en poids de fil de polyester coupé disponible auprès de la société KURARAY sous la référence EP 133 adapté au procédés papetiers, dispersable dans l'eau. Ce fil est caractérisé par un diamètre de filament de 12 μm et une masse linéique de 1,4 dtex, la longueur de coupe étant de 15 mm. Il s'agit d'un fil de polytéréphtalate d'éthylène étiré pour augmenter sa cristallinité, qui présente un taux de retrait de l'ordre de 2 % à 130°C en milieu humide pour 30 minutes d'exposition, et un taux de retrait de 3 % à 10 170°C en atmosphère sèche pour 15 minutes d'exposition.

La suspension de fibres qui renferme en outre les additifs usuels, à savoir anti-mousse, dispersant, agent de viscosité, est mise en œuvre dans 15 des conditions standard sur une machine de fabrication de voile comprenant (i) un hydroformeur sur lequel est formée une pellicule humide partiellement essorée, (ii) un poste d'application de liant par pulvérisation, enduction [dispositif de 'cascade' ou 'curtain coater'] ou passage dans un bain d'une 20 composition aqueuse à base de résine urée-formol plastifiée par acétate et acrylique, qui dépose sur le voile une quantité de liant de 19% en poids de matière sèche par rapport au poids de voile, (iii) une étuve de séchage et réticulation à plusieurs zones de températures de 135 à 215°C où le voile circule avec un temps de séjour moyen de l'ordre de 30 secondes, de 25 préférence légèrement inférieur à 30 secondes.

Le voile ne pose aucun problème de fabrication, et est obtenu avec un grammage de 50 g/m², une épaisseur de 0,3 mm et une porosité de 1580 l/m².s.

Ce voile est soumis à des essais de résistance mécanique à température ambiante et à haute température dont les résultats figurent au Tableau 1 ci-dessous. 30

Résistance à la traction

A partir de l'échantillon de voile, on découpe 10 éprouvettes dans le sens longitudinal et 10 éprouvettes dans le sens transversal, larges de 50 mm et longues de 250 mm. On fixe l'éprouvette entre les mors d'une machine de 35 traction, et on actionne le système d'entraînement de la pince mobile jusqu'à

la rupture de l'échantillon : on relève alors les valeurs de la force de rupture (en newton) et de l'allongement à la rupture (en pourcentage de la longueur nominale).

- 5 On pratique également une mesure de la résistance en traction à 250°C sous charge fixe égale à 10 % de la valeur de rupture mesurée précédemment, et l'on mesure le temps nécessaire pour arriver à la rupture de l'éprouvette.

Résistance à la déchirure

- 10 A partir de l'échantillon de voile, on découpe 10 éprouvettes dans le sens longitudinal et 10 éprouvettes dans le sens transversal, larges de 50 mm et longues de 100 mm. Sur chaque éprouvette, on pratique à partir du bord d'un petit côté une découpe nette parallèle aux grands côtés à mi-distance des grands côtés et longue de 50 mm. Sur une machine de traction, on règle la distance entre les mors de façon à ce qu'elle soit égale à 50 mm, on bloque l'éprouvette dans les mors et on actionne le dynamomètre en réglant la
- 15 vitesse de montée à 100 mm/min. On relève la charge maximale (en N) lorsque l'éprouvette est complètement dissociée en deux parties. La résistance à la déchirure est exprimée par la moyenne des dix mesures.

- Le voile de l'exemple 1 présente des caractéristiques mécaniques et de stabilité dimensionnelle très satisfaisantes. Il a été mis en œuvre sur une ligne
- 20 de fabrication en continu de membrane bitumineuse par imprégnation au bitume chaud à environ 200°C, en présentant une bonne aptitude à l'imprégnation, conférant même à la membrane un aspect esthétique très satisfaisant.

Exemple comparatif 1

- 25 On fabrique un voile à base exclusivement de fil de verre, de la façon indiquée à l'exemple 1. Le voile a un grammage de 50 g/m², un taux de liant de 24% en poids de matière sèche par rapport au poids de voile, une épaisseur de 0,3 mm et une porosité de 2000 l/m².s. On le soumet aux mêmes tests mécaniques que le voile de l'exemple 1.

- 30 **Exemple comparatif 2**

- On reproduit l'exemple 1 avec une fibre organique qui ne satisfait pas aux critères de l'invention. Il s'agit de fibre polyester commercialisée par TERGAL FIBRES sous la référence *1,6dtex T110 mi-mat coupé*, également dispersable dans l'eau, caractérisée par un titre de 1,6 dtex, une longueur de
- 35 coupe de 12 mm, un taux de retrait à 130°C en atmosphère de vapeur de 7

5. %.

On fabrique un voile de 50 g/m², avec un taux de liant de 24% en poids, une épaisseur de 0,3 à 0,4 mm et une porosité de 1700 l/m².s.

5 La fabrication pose des problèmes en bout de ligne, car on observe la formation de plis en sortie de l'étuve, que l'on peut attribuer à un phénomène de retrait thermique de la fibre organique.

10 Comme le montrent les tests mécaniques, le voile présente une faible résistance mécanique, détériorée par rapport au voile de verre classique. On constate en particulier que l'anisotropie du voile est fortement augmentée. En outre, la résistance mécanique à 250 °C est inexistante.

Ce voile ne convient pas pour la réalisation de membranes bitumineuses.

Tableau 1

15

	Ex. 1	Ex. comp. 1	Ex. comp. 2
RESISTANCE EN TRACTION			
Longitudinal (N/5cm)	214	165	150
Transversal (N/5cm)	133	93	70
Anisotropie	1,6	1,7	2,1
Allongement (%)	1,9	1,1	1,2
RESISTANCE A LA DECHIRURE			
Longitudinal (N)	3,0	1,5	3,2
Transversal (N)	3,5	1,7	3
RESISTANCE A 250°C	> 4 min	> 4 min	0
PLIS sur la ligne	Non	Non	Oui

20 L'invention vient d'être décrite en détail dans le cas de la fabrication d'un voile de grammage particulier par voie humide pour l'application à la réalisation de membranes bitumineuses, mais il est entendu que l'invention ne se limite pas à ce mode de réalisation et couvre en particulier d'autres techniques de fabrication de voile (voie sèche), d'autres qualités de voiles, éventuellement renforcés par des fils de verre continus, ainsi que d'autres produits utilisables en couverture et/ou en étanchéité.

REVENDICATIONS

1. Voile à base de fibres utilisable pour la constitution de membranes bitumineuses, comprenant des fibres de verre, des fibres organiques et un
5 liant, **caractérisé en ce que** les fibres organiques ont un taux de retrait à 130°C inférieur ou égal à 5%.
2. Voile selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** les fibres organiques ont un taux de retrait à 130°C inférieur ou égal à 3 %.
3. Voile selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce que** les fibres
10 organiques les fibres organiques sont à base d'un polymère semi-cristallin.
4. Voile selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** sont des fibres de polyester, notamment polytéréphtalate d'éthylène.
5. Voile selon l'une quelconque des revendications précédentes,
15 **caractérisé en ce que** les fibres organiques contiennent un ensimage permettant la dispersion dans l'eau des filaments individuels.
6. Voile selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** la proportion de fibres organiques est de l'ordre de 5 à 30 % en poids par rapport au poids total de fibres.
- 20 7. Voile selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** la teneur en liant est de l'ordre de 15 à 30% en poids par rapport au poids total du voile.
8. Voile selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé par** un grammage de 30 à 150 g/m².
- 25 9. Membrane bitumineuse comprenant un substrat enduit, revêtu ou imprégné d'une matrice bitumineuse, **caractérisée en ce que** le substrat est un voile selon l'une quelconque des revendications précédentes.

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	GB 1 517 595 A (BP AQUASEAL LTD) 12 juillet 1978 (1978-07-12) * le document en entier * ---	1,4,9	C04B26/26 C04B26/26 C04B14/42 C04B16/06
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 199424 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A23, AN 1994-199009 XP002148305 & SU 1 808 140 A (ELEC CERAMICS RES DES TECHN INST), 7 avril 1993 (1993-04-07) * abrégé * ---	1,2,4,6	C04B111/27 C04B111/60
X	EP 0 299 536 A (MONTEFIBRE SPA) 18 janvier 1989 (1989-01-18) * le document en entier * ---	1,3,4	
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 199440 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A23, AN 1994-322686 XP002148306 & JP 06 248557 A (UNITIKA LTD), 6 septembre 1994 (1994-09-06) * abrégé * ---	1,2,4	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7) D21H E04D D04H
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 199517 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A14, AN 1995-127880 XP002148307 & JP 07 052299 A (UNITIKA LTD), 28 février 1995 (1995-02-28) * abrégé * --- -/--	1,4,9	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
25 septembre 2000		Songy, 0	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique 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	

1

EPO FORM 1503 12.99 (P/4C14)

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	<p>DATABASE WPI Section Ch, Week 199650 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A84, AN 1996-503306 XP002148308 & JP 08 260326 A (MITSUBISHI PAPER MILLS LTD), 8 octobre 1996 (1996-10-08) * abrégé *</p> <p style="text-align: center;">---</p>	1,6	
A,D	<p>EP 0 763 505 A (SCHULLER INT INC) 19 mars 1997 (1997-03-19)</p> <p style="text-align: center;">-----</p>		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
25 septembre 2000		Songy, 0	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
<p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p>		<p>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</p> <p>.....</p> <p>& : membre de la même famille, document correspondant</p>	

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)