



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 30769 B1** (51) Cl. internationale : **C08J 3/22; B29C 47/10**
- (43) Date de publication : **01.10.2009**

-
- (21) N° Dépôt : **31744**
- (22) Date de Dépôt : **30.03.2009**
- (30) Données de Priorité : **04.10.2006 CH 1575/06 ; 13.07.2007 CH 1133/07**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/CH2007/000486 02.10.2007**
- (71) Demandeur(s) : **SILON S.R.O.PLANA NAD LU'ZNICI, PRUMMYSLOVA 451, CZ-391 02 SEZIMOVO USTI 2 (CZ)**
- (72) Inventeur(s) : **KEMPTER, Werner**
- (74) Mandataire : **MOROCCO INTELLECTUAL PROPERTY SERVICES**

-
- (54) Titre : **PROCEDE POUR LA FABRICATION D'UN PRODUIT POLYMERE EXTRUDE, DE PREFERENCE RETICULE**
- (57) Abrégé : L'INVENTION CONCERNE UN PROCÉDÉ DE PRODUCTION D'UN PRODUIT POLYMÈRE, DE PRÉFÉRENCE RÉTICULÉ, À PARTIR D'UN POLYMÈRE DE DÉPART, PROCÉDÉ DANS LEQUEL AU MOINS UN ADDITIF LIQUIDE ET D'AUTRES ADJUVANTS SONT AJOUTÉS EN QUANTITÉS DOSÉES AUDIT POLYMÈRE DE DÉPART, PUIS SONT TRAITÉS DE MANIÈRE À OBTENIR UN PRODUIT FINAL, DANS UN DISPOSITIF DE COULÉE EN CONTINU OU DE MOULAGE PAR INJECTION. LES ADJUVANTS SONT TOUT D'ABORD MÉLANGÉS AVEC UN MATÉRIAU SUPPORT APPROPRIÉ, À SURFACE FISSURÉE OU À STRUCTURE À PORES OUVERTS, APRÈS QUOI L'ADDITIF LIQUIDE EST AJOUTÉ. CE MÉLANGE EST ENSUITE HOMOGENÉISÉ ET TRAITÉ AVEC LE MATÉRIAU DE BASE, DIRECTEMENT EN AMONT DU DISPOSITIF DE COULÉE EN CONTINU OU DE MOULAGE PAR INJECTION.

ABREGE

L'invention concerne un procédé de production d'un produit polymère, de préférence réticulé, à partir d'un polymère de départ, procédé dans lequel au moins un additif liquide et d'autres adjuvants sont ajoutés en quantités dosées audit polymère de départ, puis sont traités de manière à obtenir un produit final, dans un dispositif de coulée en continu ou de moulage par injection. Les adjuvants sont tout d'abord mélangés avec un matériau support approprié, à surface fissurée ou à structure à pores ouverts, après quoi l'additif liquide est ajouté. Ce mélange est ensuite homogénéisé et traité avec le matériau de base, directement en amont du dispositif de coulée en continu ou de moulage par injection.

3 0 7 6 9

Procédé pour la fabrication d'un produit polymère extrudé, de préférence réticulé

Domaine de l'invention

5 L'invention concerne un procédé selon le préambule de la revendication 1 pour la fabrication d'un produit polymère extrudé, de préférence réticulé.

Technique antérieure

10 Le document EP-A-695 320 concerne un procédé pour la fabrication d'un produit polymère extrudé réticulé, le polymère devant être réticulé étant transformé avec des additifs liquides par extrusion dans un dispositif de coulée continue. Pour le
15 procédé décrit, selon une variante de procédé préférée, seulement une partie du polymère à réticuler est mise en oeuvre comme matériau de base poreux. Le reste du matériau à réticuler est utilisé pour des raisons de coût comme matériau non crevassé. Le matériau crevassé est mélangé directement avant transformation à l'additif liquide qui sert à la réticulation.
20 Ce mélange est ensuite mélangé à un matériau traditionnel, non crevassé directement dans l'installation et ensuite dans une extrudeuse à vis.

25 L'inconvénient du procédé est que non seulement l'additif liquide mais aussi tous les autres adjuvants doivent être ajoutés en même temps. De plus, le fabricant du produit polymère réticulé doit acheter les différents produits de base (additifs, adjuvants) chez différents fabricants.

30 Par le document EP-A-651 001, on connaît un procédé pour la réticulation des polymères pour lequel, pour la fabrication de pièces moulées en polymère réticulé, on mélange des polymères de base thermoplastiques sous forme déversable

avec des polymères porteurs également déversables, dispersables ou solubles dans les polymères de base, à un agent de réticulation. Ces composants compatibles les uns avec les autres sont réchauffés à une température de réaction
5 située au-dessus du régime de fusion tout en continuant à être mélangés et sont transformés.

Pour le procédé décrit, on mélange ce qu'il est convenu d'appeler des polymères porteurs configurés poreux, qui
10 présentent respectivement au moins un peroxyde organique et/ou un co-agent amené à l'état liquide dans la structure à pores fins comme agent de réticulation sans silane, dans les polymères de base.

Le document US 4,783,511 décrit un procédé pour la fabrication de corps extrudés en polyamide thermoplastique dans lequel on mélange intimement du polyamide à un mélange mère et on le transforme de manière connue en un corps extrudé. Le mélange mère est constitué par un matériau
15 porteur qui a une bonne capacité d'absorption pour le silane, qui est compatible avec le polyamide et qui n'entraîne pas de détérioration de la qualité du produit. Pour la fabrication du mélange mère, plusieurs méthodes sont proposées. Selon la première méthode, la masse fondue d'une polyoléfine est
20 directement chargée de silane, est extrudée comme boudin et est réduite en un granulats qui est soigneusement séché. Selon une seconde méthode, on met en oeuvre un matériau porteur capable de gonfler avec du silane en forme de grains ou de poudre grossière que l'on met directement en contact avec du
25 silane. La condition de l'applicabilité de cette méthode est que le matériau (mélange mère) peut encore être pulvérisé. Pour cette méthode, on ajoute en général plus de 20% en poids de silane au matériau porteur. Selon une troisième méthode, on
30

met en oeuvre un matériau thermoplastique en forme d'éponge à pores ouverts qui, cependant, ne gonfle pas avec le silane. Les matériaux porteurs à pores ouverts ont la propriété de pouvoir être chargés d'une quantité de silane qui correspond à un multiple du poids propre du matériau porteur. L'inconvénient de cette troisième méthode réside en les coûts relativement élevés pour la fabrication du système polymère microporeux.

Le procédé du document US 4,783,511 a l'inconvénient que les dépenses pour la fabrication du mélange mère sont relativement élevées. De plus, le mélange mère doit être transformé en excluant l'air et l'humidité, ce qui rend la manipulation difficile. De plus, il y a le risque qu'en dépit de toutes les précautions prises, le mélange mère absorbe de l'humidité, ce qui diminue la qualité du produit.

Le document GB-A-2170 206 décrit un procédé pour la fabrication d'un produit polymère réticulé pour lequel un matériau de base réticulable fait d'un matériau thermoplastique ou élastomère est réticulé en tant que flux de poudre ou de granulat s'écoulant librement à température ambiante avec du silane. Après la réticulation des particules s'écoulant librement du matériau de base avec au moins le silane, on ajoute un flux s'écoulant librement d'un mélange mère qui contient des adjuvants comme des pigments, du noir de carbone, des stabilisants et des matières de remplissage. Vu que, selon l'expérience, le matériau de base n'a qu'une capacité d'absorption insuffisante pour le silane, on ne peut que difficilement respecter une qualité constante.

But de l'invention

La présente invention a pour but de mettre à disposition un procédé pour lequel les dépenses pour une addition dosée de

l'agent réactif liquide et des adjuvants sont réduites. Un autre but est d'obtenir le mélange intime de tous les matériaux de base le meilleur possible si bien que la qualité du produit fini est la plus élevée possible.

5

Description

Selon l'invention, le but est atteint par un procédé selon le préambule de la revendication 1 par le fait qu'un granulat polymère ou une poudre polymère qui agit comme matériau porteur est transformée avec les adjuvants en un mélange à surface crevassée ou à structure à pores ouverts, appelé ci-dessous mélange mère, et que le mélange mère est transformé avec le polymère à transformer (= le matériau de base) et l'agent réactif liquide en produit polymère dans le dispositif de coulée continue ou le dispositif de moulage par injection. Ce procédé a l'avantage que la fabrication du produit polymère est fortement simplifiée parce que le mélange mère ainsi préparé a simultanément une bonne capacité d'absorption pour l'agent réactif liquide. Par conséquent, pour la transformation proprement dite, il faut ajouter un plus petit nombre de composants. Le procédé a en particulier également l'avantage que le fabricant du produit polymère ne doit pas acheter et ajouter les adjuvants séparément parce que ceux-ci sont déjà contenus dans le mélange préfabriqué. A la différence de la présente invention, dans le document GB-A-2170 206 cité plus haut, le silane est ajouté au matériau de base et non pas au mélange mère. De plus, le matériau porteur du mélange mère ne possède pas de surface crevassée ou à pores ouverts.

10

15

20

25

30

De manière avantageuse, le matériau porteur est transformé avec l'agent réactif liquide et les adjuvants en un mélange mère à surface à pores ouverts ou crevassée et est ensuite ajouté directement au dispositif de coulée continue ou au dispositif de

moulage par injection - comme le matériau de base - et est transformé avec le matériau de base. Ceci a l'avantage que tous les composants ajoutés sont mélangés de manière homogène au matériau de base si bien qu'une qualité constante du produit polymère fini est garantie. De plus, le matériau à surface à pores ouverts ou crevassée assure une bonne répartition de l'agent réactif liquide. Il est également concevable de transformer le matériau porteur avec les adjuvants et l'agent réactif liquide en un mélange mère à surface à pores ouverts ou crevassée et de l'ajouter ensuite directement au dispositif de coulée continue ou le dispositif de moulage par injection - comme le matériau de base - et de le transformer avec le matériau de base. Ce procédé a l'avantage que le mélange mère contient les adjuvants aussi bien que l'agent réactif. De préférence, le mélange de la réaction est mélangé de manière supplémentaire avant l'entrée dans le dispositif de coulée continue ou le dispositif de moulage par injection. Ceci a l'avantage que le mélange de la réaction à transformer dans le dispositif de coulée continue ou le dispositif de moulage par injection est homogène.

De manière appropriée, on met en oeuvre comme adjuvants des composants supplémentaires en rapport avec l'utilisation tels que des stabilisateurs, des matières de remplissage, des lubrifiants, des agents de renforcement, des catalyseurs, des auxiliaires de transformation etc. Comme stabilisateurs, on utilise par exemple des antioxydants, des agents protecteurs contre la lumière et/ou des agents protecteurs contre la chaleur. Comme lubrifiants et auxiliaires de transformation, on utilise souvent des amides d'acide, des esters d'acides gras, des alcools gras, des savons métalliques, des dérivés de silicone et/ou des composés fluorés. Comme autres additifs, des pigments de

couleur et/ou des pigments anorganiques entrent en ligne de compte.

De manière avantageuse, 25 % en poids maximum, de préférence 12 % en poids maximum, et de manière tout à fait préférée 5 % en poids maximum, du mélange mère à surface crevassée ou à structure à pores ouverts sont mis en oeuvre. Grâce à la mise en oeuvre seulement d'une petite quantité du granulé polymère ou de la poudre polymère plus chère à surface crevassée ou à structure à pores ouverts, les coûts de fabrication du produit polymère réticulé peuvent être maintenus bas. On utilise plus ou moins de matériau porteur selon la capacité d'absorption ou de réticulation du matériau porteur et selon la quantité de liquide à ajouter et la capacité de répartition des adjuvants.

De manière appropriée, le matériau porteur est fabriqué à partir du même polymère que le polymère à réticuler. Cependant, il est tout à fait concevable de fabriquer le matériau porteur dans un polymère chimiquement différent du polymère à réticuler. Dans les deux cas, les polymères sont respectivement en hydrocarbures non saturés comme le polyéthylène (PP et HDPE), le polypropylène, le polyamide et équivalent. Il en résulte d'autres possibilités pour la fabrication du produit polymère si, par exemple, le matériau porteur a une autre réactivité que le matériau de base.

De manière appropriée, le matériau porteur est fabriqué à partir du même polymère que le matériau de base. De manière surprenante, il s'est révélé dans des essais que le produit polymère fini est, en général, réticulé à un pourcentage plus élevé que si le matériau de base et le matériau porteur sont fabriqués en polymères de départ différents. Cependant, selon

l'utilisation, il peut également être judicieux de fabriquer le matériau porteur et le matériau de base en polymères chimiquement différents.

5 De manière avantageuse, le matériau porteur à surface crevassée ou à structure à pores ouverts sans adjuvants a une densité apparente entre environ 0,1 et 0,55 g/cm³. Comme adjuvants, on met en oeuvre des stabilisateurs, des matières de remplissage, des agents de renforcement, des catalyseurs, des
10 auxiliaires de transformation comme des lubrifiants etc.

On peut mettre en oeuvre le procédé de manière particulièrement avantageuse lorsque l'agent réactif liquide est un composé réactif qui peut servir à la réticulation. Pour les
15 processus réactifs, une répartition optimale des composants est très importante pour le produit fini. Comme agent réactif liquide, on peut mettre en oeuvre, par exemple, du silane ou des mélanges de silane et d'autres composants. Le silane est utilisé, par exemple, pour réticuler des polymères non saturés.

20 Les adjuvants mis en oeuvre dans le procédé sont mis en oeuvre pour influencer des propriétés du produit polymère fini comme la conductibilité, la résistance à la propagation des flammes, la résistance à l'abrasion, le comportement structurel, les couleurs etc.

Il s'est révélé qu'il est très avantageux pour l'industrie de transformation si le premier mélange peut être fabriqué loin de l'extrudeuse à vis ou du dispositif de coulée continue et si
30 l'utilisateur obtient à disposition au moins les composants supplémentaires mélangés avec le matériau porteur comme mélange tout prêt. Ceci facilite considérablement la manipulation.

De manière avantageuse, le matériau crevassé ou à pores ouverts est fabriqué mécaniquement. Cependant, il est également concevable de fabriquer le matériau crevassé ou à pores ouverts par moussage.

Un dispositif mélangeur tel qu'il peut être utilisé pour ajouter un additif liquide, est divulgué, par exemple, dans le document WO 2006/010291 dont le contenu est intégré ici par référence. Le dispositif mélangeur permet l'addition continue et discontinue d'un additif liquide à une matière en vrac (granulat ou poudre). Dans le cas présent, il s'agit, pour le granulat synthétique ou pour la poudre synthétique mise en oeuvre comme matériau porteur, d'une matière à surface crevassée ou à structure à pores ouverts. La surface crevassée (surface agrandie) assure une bonne capacité d'absorption pour le liquide. Une structure à pores ouverts donne une bonne capacité d'absorption du matériau. La quantité de matériau porteur pour les matières auxiliaires est choisie, en général, de telle manière qu'un mélange intime optimal et une capacité d'absorption optimale pour l'additif liquide sont garantis. En général, la quantité totale du matériau porteur pourvu de matières auxiliaires et d'additifs se situe dans la plage entre 3 et 15 % en poids, de préférence entre 3 et 12 % en poids, par rapport au poids total du produit fini. Après le dosage de l'additif liquide, le matériau porteur pourvu d'adjuvants est mélangé au matériau de base et extrudé.

Pour le procédé selon l'invention, au moins les adjuvants sont mélangés à un polymère et transformés dans un broyeur ou une extrudeuse en un matériau porteur à surface crevassée ou à pores ouverts. Le matériau porteur qui contient les adjuvants

a donc simultanément une bonne capacité d'absorption pour un additif liquide comme, par exemple, le silane.

5 De préférence, le matériau porteur mélangé aux adjuvants est donc tout d'abord crevassé mécaniquement ou moussé de manière connue par l'homme du métier. Ensuite, le matériau porteur crevassé ou à pores ouverts est mélangé au matériau de base et l'agent réactif liquide y est ajouté. Le mélange de
10 réaction qui en résulte est ensuite de préférence mélangé encore une fois dans un mélangeur avant d'être chargé dans le dispositif de coulée continue ou de moulage par injection.

15 Il est concevable d'ajouter l'agent réactif liquide tout d'abord au matériau porteur et de mélanger le mélange qui en résulte au matériau de base.

20 Pour un procédé de fabrication d'un produit polymère de préférence réticulé à partir d'un polymère de départ, on ajoute au moins un additif liquide (agent réactif) et d'autres adjuvants et on les transforme ensuite en produit fini dans le dispositif de coulée continue ou de moulage par injection. Ceci étant, on mélange tout d'abord les adjuvants à un matériau porteur approprié à surface crevassée ou à structure à pores ouverts et on fabrique un mélange mère. Le mélange mère est ensuite
25 mélangé au matériau de base et on ajoute l'additif liquide. Il est concevable d'ajouter l'additif liquide au mélange mère et de mélanger ce mélange au matériau de base. Le mélange de réaction ainsi préparé est transformé en produit souhaité dans le dispositif de coulée continue ou de moulage par injection.

30

Revendications

- 5 1. Procédé pour la fabrication d'un produit polymère extrudé, de préférence réticulé à partir d'un polymère de départ, procédé pour lequel un mélange de réaction est fabriqué à partir du polymère de départ, d'au moins un agent réactif liquide et d'autres adjuvants et est transformé en produit polymère dans un dispositif de coulée continue ou un dispositif de moulage par injection,
- 10 caractérisé en ce qu'un granulât polymère ou une poudre polymère qui agit comme matériau porteur est transformée avec les adjuvants en un mélange à surface crevassée ou à structure à pores ouverts, appelé ci-dessous mélange mère, et que le mélange mère est
- 15 transformé avec le polymère à transformer (= le matériau de base) et l'agent réactif liquide en produit polymère dans le dispositif de coulée continue ou le dispositif de moulage par injection.
- 20 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le matériau porteur est transformé avec les adjuvants par un processus en un mélange mère sans silane à surface à pores ouverts ou crevassée et est ensuite ajouté - comme le matériau de base et l'agent réactif liquide - directement au dispositif de
- 25 coulée continue ou au dispositif de moulage par injection.
- 30 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le matériau porteur avec l'agent réactif liquide et les adjuvants est transformé en un mélange mère à surface à pores ouverts ou crevassée et est ensuite ajouté directement au dispositif de coulée continue ou au dispositif de moulage par injection - comme le matériau de base - et est transformé avec le matériau de base.

- 5 4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le mélange de réaction est mélangé de manière supplémentaire avant l'entrée dans le dispositif de coulée continue ou le dispositif de moulage par injection.
- 10 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que 25 % en poids maximum, de préférence 12 % en poids maximum, et de manière tout à fait préférée 5 % en poids maximum, du mélange mère à surface crevassée ou à structure à pores ouverts sont mis en oeuvre.
- 15 6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le matériau porteur est fabriqué dans le même polymère que le matériau de base.
- 20 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le matériau porteur et le matériau de base sont fabriqués en polymères différents chimiquement.
- 25 8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le matériau porteur à surface crevassée ou à structure à pores ouverts sans adjuvants a une densité apparente entre environ 0,1 et 0,55 g/cm³.
- 30 9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que, comme adjuvants, on met en oeuvre des stabilisateurs, des matières de remplissage, des agents de renforcement, des catalyseurs, des auxiliaires de transformation etc.
10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que l'agent réactif liquide est le silane.

- 5 11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que les adjuvants sont mis en oeuvre pour influencer des propriétés du produit polymère fini comme la conductibilité, la résistance à la propagation des flammes, la résistance à l'abrasion, le comportement structurel, les couleurs etc.
- 10 12. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que le mélange de matériau porteur et d'adjuvants est fabriqué loin de l'extrudeuse à vis et est mis à disposition de l'utilisateur comme mélange tout prêt.
- 15 13. Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce qu'un produit polymère extrudé réticulé est fabriqué.
14. Procédé selon l'une des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que le matériau crevassé ou à pores ouverts est fabriqué mécaniquement.
- 20 15. Procédé selon l'une des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que le matériau crevassé ou à pores ouverts est fabriqué par moussage.