

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication : **2 602 172**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **87 11005**

⑤1 Int Cl⁴ : B 29 B 7/40; C 09 J 3/12 / B 29 K 7:00, 9:00.

①2 **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

②2 Date de dépôt : 3 août 1987.

③0 Priorité : US, 1^{er} août 1986, n° 892,677.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 5 du 5 février 1988.

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

⑦1 Demandeur(s) : *Société dite : THE KENDALL COM-
PANY. — US.*

⑦2 Inventeur(s) : Elwyn Huddleston et Richard J. Lacana.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Lavoix.

⑤4 Procédé de préparation d'une composition de caoutchouc comprenant au moins une résine adhésive.

⑤7 La présente invention est relative à un procédé de prépa-
ration d'une composition de caoutchouc comprenant au moins
une résine adhésive, dans lequel on incorpore d'abord les
composants de ladite composition pour former un prémélange
à base de caoutchouc et dans lequel on incorpore ensuite
ladite résine adhésive dans ledit prémélange au cours d'une
opération de mélange séparée, caractérisé en ce que ladite
résine adhésive est incorporée dans ledit prémélange dans un
mélangeur par transfert à cavités pour former ladite compo-
sition de caoutchouc.

FR 2 602 172 - A1

Diverses compositions à base de caoutchouc disponibles actuellement dans le commerce, nécessitent la présence d'au moins une résine adhésive afin d'accroître l'adhérence. Ces résines sont désignées ci-après "agents adhésifs" à des fins de simplification.

Puisque la présente invention se rapporte en particulier à des matériaux adhésifs à base de caoutchouc, par exemple des revêtements en matériau adhésif autocollant et analogues, l'objet et les buts de la présente invention vont être décrits ci-après à titre illustratif.

En général, on peut classer grossièrement les matériaux adhésifs à base de caoutchouc, en caoutchouc naturel et en caoutchouc synthétique, par exemple le caoutchouc butyle. Les matériaux adhésifs à base de caoutchouc naturel sont les plus courants, ils sont utilisés dans divers produits, tels que des pansements pour doigts ou des bandes adhésives chirurgicales, des bandes industrielles et analogues. Les caoutchoucs synthétiques, tels que les caoutchoucs butyle sont couramment utilisés dans l'industrie pour des applications telles que des bandes d'enveloppe de tube pour protéger les canalisations contre la corrosion, etc.

L'étape initiale de mélange de blocs de caoutchouc avec d'autres ingrédients du mélange (des charges, des antioxydants, des plastifiants et analogues) dans un mélangeur interne, par exemple un mélangeur de Banbury afin de produire un "prémélange" fondu qui est ensuite transporté à partir du mélangeur de Banbury en vue d'un autre traitement, est commune aux deux types de caoutchouc.

En ce qui concerne les matériaux adhésifs à base de caoutchouc naturel, il est particulièrement souhaitable du point de vue de la fabrication d'incorporer également tout l'agent adhésif nécessaire dans le mélangeur de Banbury ou dans un autre mélangeur interne afin de mélanger tous les ingrédients en une seule opération. En revanche, il n'est pas possible de procéder ainsi.

Bien qu'il soit tout à fait possible d'incorporer une partie de l'agent adhésif nécessaire dans le mélangeur de Banbury (comme on peut le voir d'après l'exemple illustratif suivant), toute tentative pour ajouter l'ensemble de la quantité nécessaire d'agent adhésif, donne alors un mélange tellement adhésif que l'on ne peut le faire couler hors du mélangeur. Le seul procédé industriellement connu n'utilisant aucun solvant pour incorporer l'agent adhésif, met en oeuvre un malaxeur. En conséquence, dans les procédés industriels de préparation de matériaux adhésifs à base de caoutchouc naturel à l'état solide, on prépare un pré-mélange initial à base de caoutchouc naturel dans un mélangeur de Banbury ou dans un autre mélangeur interne et on transporte ensuite le prémélange vers un poste de malaxage où la résine est déposée à l'aide d'une pelle sur un malaxeur à deux cylindres dans lequel elle est mélangée dans le prémélange en général en 10 à 30 minutes pour préparer la composition adhésive.

Après l'opération de malaxage, la composition adhésive peut ensuite être transportée jusqu'aux étapes finales du procédé de fabrication. Elle peut être transportée par exemple vers un poste de calendrage en vue d'être déposée sur un matériau de support afin de préparer un ruban adhésif.

Mis à part les inconvénients inhérents à un tel procédé discontinu, la nécessité d'utiliser un malaxeur a ses propres inconvénients. Un malaxeur classique à deux cylindres peut, pour cette application, avoir une longueur de l'ordre de 1,52 m ou plus et il occupe un espace important dans la chaîne de fabrication. De la main d'oeuvre est nécessaire pour appliquer la résine et pour surveiller l'opération de malaxage. De la résine se répand sur le sol, se colle aux chaussures et génère des problèmes d'environnement. Il y a enfin le facteur de sécurité. Bien que les graves accidents dans les usines sont peu nombreux, la cause de loin la plus importante de ceux qui se produisent, est l'opération de malaxage. A cause d'une erreur humaine, un ouvrier peut dans certaines circonstances avoir un bras introduit dans le malaxeur, ce qui produit des blessures très graves et fréquemment dramatiques.

On peut préparer des matériaux adhésifs à base de caoutchouc synthétique par le même procédé général. Par exemple, dans la préparation primitive de matériaux adhésifs à base de caoutchouc butyle, on préparait d'abord dans le mélangeur de Banbury le prémélange initial des composants de caoutchouc, par exemple du caoutchouc butyle vierge, du caoutchouc butyle halogéné et/ou du caoutchouc butyle régénéré, et on le transportait ensuite vers le malaxeur à deux cylindres pour incorporer les agents adhésifs. Ce procédé a ensuite été modifié pour incorporer les agents adhésifs dans le mélangeur de Banbury. Bien que ceci ait supprimé l'étape d'addition de l'agent adhésif au niveau d'un deuxième poste (malaxage), il subsiste un certain nombre d'inconvénients inhérents. Les agents adhésifs devaient être incorporés

successivement plutôt que tous ensemble (de manière spécifique, en trois étapes) et le temps de sortie était matériellement prolongé. En conséquence, on a trouvé que pour accroître le débit de sortie, il était nécessaire d'ajouter des mélangeurs de Banbury supplémentaires qui occupent un espace important et qui nécessitent actuellement des dépenses de l'ordre de 2 millions de dollars.

En résumé, les matériaux adhésifs à base de caoutchouc naturel et de certains caoutchoucs synthétiques, nécessitent une étape de malaxage pour ajouter les agents adhésifs. Les matériaux adhésifs à base de caoutchouc butyle et de certains autres caoutchoucs synthétiques, peuvent être préparés en incorporant l'agent adhésif dans le mélangeur de Banbury. Toutefois, le débit de sortie est lent et une meilleure façon de procéder (autre que par malaxage) est particulièrement souhaitable pour une production industrielle.

Le but de la présente invention consiste donc à fournir un meilleur procédé pour incorporer des agents adhésifs dans des matériaux adhésifs, tels que les matériaux adhésifs à base de caoutchouc décrits jusqu'ici.

Conformément à la présente invention, les buts mentionnés ci-dessus sont atteints en utilisant un mélangeur par transfert à cavités (CTM) dont la description est connue en soi afin d'incorporer le ou chaque agent adhésif. Pour des raisons qui vont être décrites plus en détail ci-après, le CTM est de préférence un modèle à vitesse variable qui est doté de plusieurs orifices pour introduire la résine.

Les mélangeurs par transfert à cavités sont eux-même anciens et ils ont été utilisés dans diverses opérations de mélange, aucunes de celles-ci ne suggérant

l'utilisation visée par la présente invention, ni les avantages obtenus de cette façon.

5 En général, les mélangeurs par transfert à cavités, sont une forme de mélangeurs-extrudeurs dans lesquels le matériau est introduit à une extrémité et sort à travers une filière d'extrusion à l'extrémité opposée. Ils consistent principalement en un organe cylindrique creux formant stator et un organe cylindrique formant rotor qui est monté à rotation
10 dans ce dernier. Les surfaces cylindriques en regard sur le rotor et le stator, comportent plusieurs rangées respectives de gorges ou de cavités disposées de façon à effectuer un mélange lorsque le matériau traverse le mélangeur.

15 Le brevet britannique n° 930 339 décrit un mélangeur par transfert à cavités correspondant à celui de la présente invention dans lequel les gorges sont allongées et s'étendent longitudinalement. Les rangées de gorges sur chaque organe s'étendent
20 circonférentiellement autour de l'organe et elles sont espacées axialement l'une de l'autre, les rangées sur un organe étant décalées axialement par rapport aux rangées prévues sur l'autre organe de façon à ménager un recouvrement axial des gorges dans
25 les rangées voisines ménagées sur le stator et le rotor. Grâce à cet agencement de cavités fermées en recouvrement sur le rotor et le stator, le matériau passant à travers ce mélangeur doit suivre un trajet qui alterne entre les cavités du rotor et du stator.
30 Lorsqu'une cavité sur un organe arrive en regard d'une surface entre deux cavités sur l'autre organe, le matériau qui doit être mélangé est soumis à un simple cisaillement de sorte qu'il est fractionné en deux avant d'être déplacé à peu près suivant des

angles droits par rapport à sa direction initiale lorsqu'il passe dans la cavité suivante.

5 Le brevet US-A-4 419 014 est relatif à un CTM amélioré qui est particulièrement efficace pour la mise en oeuvre de la présente invention. Conformément à ce brevet, les cavités du rotor et du stator, se présentent sous la forme d'hémisphères disposées de manière particulière. Ces cavités hémisphériques sont disposées de manière spécifique en rangées parallèles 10 sur le rotor et le stator de sorte que: (a) les cavités dans les rangées voisines sur le stator sont décalées circonférenciellement; (b) les cavités dans les rangées voisines sur le rotor sont décalées circonférenciellement; et (c) les rangées de cavités 15 sur le rotor et le stator sont décalées axialement, de sorte que l'on peut obtenir une augmentation globale de la capacité de mélange pour la même surface tout en ayant un effet de mélange exponentiel souhaité dans lequel un mélange par simple 20 cisaillement est interrompu de manière répétitive par des phases de fractionnement et de rotation.

Le CTM décrit dans le brevet américain mentionné ci-dessus, est notablement plus efficace que celui décrit dans le brevet britannique. De manière 25 spécifique, la capacité de mélange en fonction de la surface, est considérablement accrue. On obtient en outre d'autres avantages importants. La forme des cavités hémisphériques peut être adaptée de façon à ce que trois cavités se recouvrent à n'importe quel 30 moment et que l'on obtienne un mélange exceptionnel par fractionnement répété des courants de matière fondue. La forme hémisphérique des cavités ménage un excellent profilage de sorte qu'aucune stagnation n'a par exemple lieu. D'autres avantages sont décrits 35 dans la colonne 3.

La demande des E.U.A. de Elwyn G. Huddleston de numéro de série 357 61 déposée le 29 avril 1986 et cédée au cessionnaire de la présente demande, décrit et revendique un nouveau procédé pour incorporer un agent de réticulation de caoutchouc dans une préparation adhésive à base de caoutchouc dans laquelle l'agent de réticulation est mélangé avec la préparation adhésive dans un mélangeur par transfert à cavités, par exemple un CTM du type décrit dans le brevet US-A 4 419 014 mentionné ci-dessus, en procurant ainsi des avantages de fabrication importants. L'agent de réticulation est de préférence incorporé dans une huile ou un véhicule plastifiant. Comme cela est décrit dans la demande pendante, on forme d'abord un prémélange du caoutchouc et d'autres composants dans un mélangeur de Banbury selon un procédé discontinu. Le prémélange est ensuite transporté jusqu'à l'extrémité d'entrée de l'extrudeuse à l'extrémité de sortie de laquelle est disposé le CTM. Le CTM est muni au voisinage de son extrémité avant d'un orifice d'injection à travers lequel l'agent de réticulation est introduit. Comme cela a été décrit, le CTM peut être vissé sur l'extrémité de sortie de l'extrudeuse, ou autrement fixé à l'extrudeuse. En variante, ce peut être un CTM à vitesse variable entraîné séparément, monté ou fixé au voisinage de l'orifice de sortie de l'extrudeuse, par exemple par des moyens de serrage. Dans ce dernier mode de réalisation, le CTM peut avoir un diamètre notablement plus important que celui de l'extrudeuse en fournissant ainsi une plus grande surface de mélange dans le CTM, ce qui permet en conséquence l'addition de quantités plus importantes d'additifs, c'est-à-dire une augmentation du débit de sortie.

Le procédé est de préférence mis en oeuvre de façon continue où le prémélange issu du mélangeur de Banbury chute directement dans une extrudeuse à fonctionnement continu et où des quantités mesurées d'un agent de réticulation sont automatiquement introduites dans le CTM à l'aide de microprocesseurs connus en soi. En d'autres termes, puisque l'on connaît la quantité de prémélange sortant du mélangeur de Banbury en un temps de fonctionnement discontinu donné, par exemple de 10 minutes, comme l'est la vitesse de passage du prémélange à travers l'extrudeuse, on peut déterminer la quantité nécessaire d'agent de réticulation destinée à être mélangée et on peut l'introduire de manière mesurée dans le CTM lorsque le prémélange y est introduit de manière continue.

De cette manière, en employant un CTM au lieu du malaxeur à deux cylindres de 2,13 m, on obtient instantanément un mélange de matériau adhésif homogène contenant l'agent de réticulation, et ce pré-mélange peut être immédiatement acheminé jusqu'à un dispositif de calandrage où le matériau adhésif est appliqué sur un matériau de support pour former un ruban adhésif.

La présente invention est principalement basée sur la découverte du fait que le CTM, par exemple un CTM tel que décrit ci-dessus, peut être utilisé pour incorporer des agents adhésifs dans des compositions adhésives.

Comme cela a été mentionné ci-dessus, la présente invention se rapporte en particulier à des matériaux adhésifs à base de caoutchouc. En conséquence, la description détaillée suivante se rapporte principalement au domaine technique des matériaux adhésifs à base de caoutchouc.

Les premiers matériaux adhésifs à base de caoutchouc étaient de simples solutions de caoutchouc naturel non-modifié. Sous la pression des besoins technologiques dus à la 2^{ème} Guerre Mondiale et au développement des élastomères synthétiques, de nouveaux types de matériaux adhésifs sont apparus pour des applications sur une plus grande variété de substrat. Actuellement, les matériaux adhésifs à base de caoutchouc peuvent contenir une grande variété de composants, tels que des élastomères, des résines ou des agents adhésifs, des charges, des plastifiants et des agents amollissants, des antioxydants, des agents de durcissement, des agents séquestrants, des biocides, etc.

L'élastomère peut être défini comme étant un matériau polymère ayant des propriétés analogues à celles d'un caoutchouc. De manière plus spécifique, un élastomère est un polymère naturel ou synthétique à extensibilité élevée et à récupération rapide et puissante. Des exemples de ces polymères qui font office d'élastomères de base dans des matériaux adhésifs, comprennent le caoutchouc naturel, un caoutchouc cyclisé, un copolymère styrène-butadiène (SBR), un copolymère acrylonitrile-butadiène (NBR), un caoutchouc chloré, du polychloroprène (néoprène), un chlorhydrate de caoutchouc, du caoutchouc de type polysulfure, des élastomères carboxyliques, du caoutchouc silicone, du caoutchouc de type polyuréthane (isocyanate), des copolymères acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS), du caoutchouc régénéré, du caoutchouc butyle, du polyisoprène (caoutchouc naturel synthétique), du polyisobutylène, du caoutchouc d'homopolymère d'épichlorhydrine, du caoutchouc de copolymère d'épichlorhydrine et d'oxyde d'éthylène et du caoutchouc de terpolymère

d'éthylène, de propylène et de diène comme monomères (EPDM).

5 Dans la préparation des premiers matériaux adhésifs à base de caoutchouc, on a rapidement appris qu'un simple matériau consistant en un élastomère ou en un matériau de caoutchouc seul, avait seulement des caractéristiques médiocres comme matériau adhésif fini. Des agents modificateurs ont été nécessaires pour améliorer le pouvoir adhésif. Une grande variété de résines modificatrices ont été choisies pour être des additifs compatibles intéressants comme agents adhésifs, c'est-à-dire pour améliorer l'adhérence ou l'adhésivité instantanée.

15 Bien que le caoutchouc naturel possède des caractéristiques d'adhérence, la résistance de retenue développée par le caoutchouc seul, n'est en général pas adaptée dans bon nombre d'utilisations. D'un autre côté, la plupart des élastomères synthétiques disponibles dans le commerce, sont peu adhésifs, soit sur eux-mêmes ou sur d'autres surfaces. En conséquence, on ajoute des agents adhésifs sous la forme de résines dans ces matériaux pour accroître leurs propriétés d'adhérence.

20 Les agents adhésifs sont représentés par diverses résines à types chimiques et à propriétés physiques variées. Les matériaux sont en général thermoplastiques et ils forment de manière spécifique des verres amorphes à la température ambiante. Ils sont disponibles avec une grande variété de points de ramolissement allant de liquides à la température ambiante jusqu'à des solides durs et cassants fondant à une température allant jusqu'à 190°C. Ils sont habituellement complètement solubles dans les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques ainsi que dans de nombreux autres types de solvants organiques.

25

30

35

Les agents adhésifs ont habituellement des poids moléculaires allant de 200 à 1500 et de grandes structures rigides.

Des exemples caractéristiques de résines qui sont vendues à l'industrie des matériaux adhésifs comme agents adhésifs, comprennent: les résines végétales telles que de la gomme végétale, de la résine de térébenthine ou de la résine de tallol; des résines végétales modifiées, par exemple une résine végétale polymérisée ou une résine végétale hydrogénée; des esters de résine végétale, tels que de la pentaérythritol-résine végétale, de la glycérine-résine végétale hydrogénée, de la glycérine-résine végétale fortement stabilisée; de la pentaérythritol-résine végétale fortement stabilisée et du phtalate d'hydroabiétyle; des hydrocarbures de pétrole polymérisés, par exemple des oléfines cycloaliphatiques hydrogénées, des oléfines, des hydrocarbures de pétrole aliphatiques, des hydrocarbures aromatiques modifiés, du dicyclopentadiène, des oléfines en mélange, des hydrocarbures de pétrole alkylaromatiques, des hydrocarbures aromatiques modifiés; des terpènes polymérisés, tels que de l'alpha-pinène, du d-limonène, du bêta-pinène, du terpène, etc.; diverses résines, telles qu'une résine d'alpha-méthyl styrène-vinyltoluène, d'alpha-méthyl styrène, de styrène, de terpène phénolique, de coumarone-indènes, etc.; et des résinates métalliques, tels que des résinates mixtes de calcium et de zinc (par exemple du Pexate 329, du Pexate 549, du Zitro, du Zirex ou du Zinar) et des résinates de zinc, tels que du Pexate 511, du Pexate 510E ou du Pexate 508E, etc.

Comme cela a été mentionné ci-dessus, la composition adhésive peut comprendre de manière

spécifique d'autres matériaux améliorant les propriétés spécifiques requises.

Comme exemples de ces autres matériaux dans un mélange à base de caoutchouc, on peut mentionner des charges, tels que du noir de carbone, de l'oxyde de zinc, des argiles, de la chaux, du blanc d'Espagne, du silicate de calcium, du sulfate de baryum et analogues afin de réduire le coût, d'accroître la densité ou d'augmenter la viscosité; des plastifiants et des agents ramollissants, tels qu'une huile minérale, de la lanoline, etc.; des antioxydants, par exemple des antioxydants du type amine aromatique, des phénols substitués, de l'hydroquinone (p-dihydroxybenzène), etc.; des agents de durcissement, tels que du soufre, des peroxydes organiques, et analogues; des accélérateurs; des agents séquestrants; des biocides, tels que des bactéricides, etc.

Selon son aspect le plus large, la présente invention est relative à un nouveau procédé pour préparer des compositions à base de caoutchouc contenant du caoutchouc, un caoutchouc synthétique ou un mélange des deux et comprenant en outre une quantité prédéterminée d'au moins une résine adhésive, dans lequel on mélange d'abord divers composants de la composition pour former ce qu'on peut désigner un "prémélange adhésif" auquel on incorpore ensuite au moins une partie de la résine adhésive (ou "l'agent adhésif") dans une opération de mélange séparée, caractérisé en ce qu'on incorpore l'agent adhésif (ou la quantité supplémentaire nécessaire d'agent adhésif) dans un CTM, par exemple tel que décrit ci-dessus. Ainsi, l'opération de malaxage pour incorporer l'agent adhésif, est remplacée par un CTM qui a de manière spécifique une

longueur de seulement quelques centimètres et qui est à peine remarquable.

5 Bien que non limitée aux matériaux adhésifs à base de caoutchouc, la présente invention s'y rapporte en particulier afin de fournir un procédé de fabrication qui évite les problèmes et les inconvénients décrits jusqu'ici dans les procédés actuels de fabrication pour préparer les matériaux adhésifs à la fois à base de caoutchouc naturel et de
10 caoutchouc synthétique.

En conséquence, les modes de réalisation préférés de la présente invention vont être décrits en détail ci-après à titre illustratif en se référant à des matériaux adhésifs à base de caoutchouc.

15 Dans les modes de réalisation préférés, tous les composants de la composition adhésive à l'exception de la quantité requise d'agent adhésif, sont d'abord mélangés dans un mélangeur interne, de préférence un mélangeur de Banbury de façon connue en soi afin
20 d'obtenir un prémélange fondu à peu près homogène du caoutchouc et d'autres composants (une charge, un antioxydant, etc.).

Le prémélange fondu est ensuite transporté à partir du mélangeur de Banbury ou d'un autre
25 mélangeur interne jusqu'au CTM pour ajouter l'agent adhésif. Ceci est de préférence réalisé de manière continue plutôt que d'une manière discontinue dans laquelle le prémélange est versé directement à partir de la trémie d'évacuation du mélangeur interne jusque
30 dans l'extrémité d'entrée d'une extrudeuse classique. Le CTM est monté ou fixé au voisinage de l'extrémité de sortie de l'extrudeuse de façon à ce que le prémélange soit acheminé vers le CTM par l'intermédiaire de l'extrudeuse.

En théorie, le CTM peut être vissé sur l'extrémité de sortie de l'extrudeuse. Le CTM peut également être théoriquement muni d'un seul orifice à travers lequel la résine est introduite. Chacun de ces agencements est utile dans le cadre de la présente invention. En revanche, l'utilité de l'un ou l'autre de ces agencements est limité du point de vue de la fabrication et ils ne sont en conséquence pas préférés au moins avec la plupart des matériaux adhésifs que l'on cherche à obtenir.

Des expériences ont par exemple montré que lorsqu'on équipe directement un CTM à 6 rangées avec une extrudeuse classique de Davis à alimentation froide 16:1, on peut incorporer une quantité maximum d'environ 5 à 6% de résine. Bien que ce pourcentage d'agent adhésif peut être tout à fait adapté pour certains matériaux adhésifs, des quantités plus importantes de cet additif dans le prémélange, sont nécessaires pour des compositions adhésives que l'on cherche en général à obtenir par la présente invention.

Dans l'aspect préféré de la présente invention, le CTM est en conséquence séparé de l'extrudeuse et il est entraîné de manière indépendante de façon à pouvoir fonctionner à des vitesses variables, y compris des vitesses notablement supérieures à celle de l'extrudeuse. De cette manière, on peut incorporer des quantités de résines beaucoup plus importantes, c'est-à-dire des quantités caractéristiques de celles habituellement utilisées dans les matériaux adhésifs en question. On remarquera bien entendu que lorsque le CTM est séparé et est entraîné séparément (par opposition au fait d'être vissé à l'extrudeuse), il doit néanmoins être monté à côté de l'extrudeuse (par n'importe quel moyen mécanique connu en soi) de façon

à ce que la masse fondue du prémélange passe directement de l'extrudeuse dans le CTM.

On a en outre trouvé que l'on pouvait obtenir les résultats optimum en augmentant la longueur du CTM, par exemple pour obtenir un CTM à 9 rangées. Ceci peut être réalisé simplement en prévoyant un seul CTM à 9 rangées. En variante, ceci peut être réalisé à l'aide d'un CTM à longueur variable, par exemple au moins 2 unités séparées raccordées l'une à l'autre de manière étanche pour empêcher toute fuite du matériau se déplaçant en direction aval à partir d'un CTM au suivant.

A titre illustratif, on peut raccorder directement un CTM à 3 rangées à une extrudeuse à alimentation froide, par exemple à l'extrémité de sortie d'une extrudeuse de 6,35 cm. On peut raccorder de manière étanche un CTM à 6 rangées et à vitesse variable entraîné de manière séparée avec le CTM à 3 rangées.

Comme cela a été mentionné ci-dessus, le CTM peut théoriquement être muni d'un seul orifice d'entrée pour l'introduction de la résine. Ceci peut être tout à fait adapté dans le cas de certains cycles de fabrication, en particulier lorsque l'on doit incorporer de plus faibles quantités de résine.

En revanche, dans le mode de réalisation préféré de la présente invention, on prévoit plusieurs orifices le long du trajet (la longueur) du CTM. A titre illustratif, dans le mode de réalisation qui vient d'être juste décrit et utilisant un CTM à 9 rangées, on a obtenu d'excellents résultats en utilisant deux orifices d'entrée pour la résine. Par exemple, avec un CTM à 9 rangées dans lequel les 6 dernières rangées sont entraînées indépendamment, par exemple de 3 à 4 fois la vitesse de l'extrudeuse

principale, on a trouvé que deux orifices d'injection étaient appropriés pour ajouter jusqu'à 23% de résine chaude.

5 En revanche, on utilise de préférence une unité à 9 rangées entièrement entraînée de manière indépendante avec 3 orifices espacés pour injecter la résine, par exemple un premier orifice juste avant le CTM, un deuxième au niveau de la troisième rangée, et un troisième au niveau de la sixième rangée. On 10 remarquera toutefois qu'il n'est pas toujours nécessaire d'injecter au niveau de ces 3 positions. Néanmoins, l'utilisation de 3 orifices donne une plus grande souplesse au procédé.

15 La description ci-dessus a été donnée uniquement à titre illustratif. On remarquera qu'en suivant les enseignements de la présente invention, on peut choisir de modifier la longueur du CTM et/ou le nombre des orifices d'injection bien qu'ils soient tout à fait adaptés pour mélanger les quantités 20 requises de résine dans les matériaux adhésifs à base de caoutchouc naturel et de caoutchouc butyle.

Il convient cependant de noter que la possibilité consistant à accroître ou à diminuer la vitesse du CTM, peut fournir des résultats 25 équivalents à un CTM de longueur variable sans accroître le coût pour augmenter la longueur.

Les exemples suivants illustrent à titre non limitatif la mise en oeuvre de la présente invention.

EXEMPLE 1

30 On a incorporé les ingrédients suivants dans un mélangeur de Banbury pour obtenir un prémélange à peu près homogène à base de caoutchouc naturel:

Caoutchouc naturel (feuille fumée)	87,54 kg
Pigment blanc (Titanox 2010)	2,27 kg
35 Pigment noir (Butex)	198 g

	Agent de réticulation à base de	
	résine phénolique (SP-1055)	226,8 g
	Charge d'argile plastique de Kaolin	
	(argile de McNamee)	74,39 kg
5	Antioxydant	1,13 kg
	Agent adhésif à base de résine de	
	tallol modifiée	29,48 kg
	Oxyde de zinc	4,08 kg
		<hr/>
10	environ	200,49 kg

On a raccordé directement un CTM existant à 3 rangées à une extrudeuse classique à alimentation froide 16:1. On a ensuite raccordé un CTM existant à 6 rangées à un arbre moteur capable d'être entraîné à partir d'une extrudeuse Prodex de 6,35 cm. On a disposé un manchon de sortie entre le CTM à 6 rangées et le corps de l'extrudeuse Prodex. On a ménagé un orifice d'injection juste avant l'extrémité de sortie de l'extrudeuse de 6,35 cm, c'est-à-dire juste avant le CTM à 3 rangées, et un deuxième orifice d'injection a été prévu entre les CTM à 3 et à 6 rangées. L'extrudeuse et les CTM ont été chauffés à 160°C. La vitesse de l'extrudeuse de 6,35 cm a été réglée à environ 10 tr/min, et la vitesse du CTM à 6 rangées entraînées séparément a été réglée à environ 80-90 tr/min. On a introduit le prémélange issu du mélangeur de Banbury dans l'extrudeuse et on a pompé de la résine STA TAC B (marque commerciale de Reichhold Co. pour un agent adhésif de type hydrocarbure de pétrole polymérisé) à travers les deux orifices d'injection à une vitesse d'environ 137,5 g/min pour obtenir un débit de sortie du mélange de matériau adhésif à base de caoutchouc naturel de 36 kg/h à une teneur d'environ 22,9% de résine en poids.

EXEMPLE 2

On a incorporé les ingrédients suivants dans un mélangeur de Banbury pour obtenir un prémélange à peu près homogène à base de caoutchouc butyle, comprenant:

5	Caoutchouc butyle	34,47 kg
	Caoutchouc	65,77 kg
	Indopol H-100	
	(agent adhésif de type polybutène)	28,80 kg
10	Argile de McNamee	99,79 kg
	Antioxydant (Agérite Stalite S)	1,13 kg
		<hr/>
	environ	229,97 kg

On a utilisé un ensemble comprenant une extrudeuse, un CTM à 3 rangées et un CTM à 6 rangées comme cela a été décrit dans l'exemple 1. On a toutefois réglé l'extrudeuse de 6,35 cm à 14 tr/min et le CTM à 6 rangées entraînées séparément à 50 tr/min (environ 3,5 fois plus vite que l'extrudeuse). On a introduit le prémélange à base de caoutchouc butyle dans l'extrudeuse et on a pompé du Piccopale 100 (marque commerciale de Hercules Co. pour une résine adhésive d'hydrocarbure aliphatique) dans les deux orifices d'induction à une vitesse d'environ 50 g/min pour fournir à la sortie un mélange de matériau adhésif à base de caoutchouc butyle à un débit de 40,4 kg/h contenant environ 17% de résine en poids.

Dans les exemples illustratifs ci-dessus, on remarquera que dans chaque cas on a incorporé une partie de la quantité requise d'agent adhésif dans le mélangeur de Banbury, le restant étant ajouté dans le CTM. Il convient de noter en revanche qu'il est tout à fait impossible d'incorporer à peu près toute la résine et le plastifiant par l'intermédiaire du CTM.

Afin d'opérer de cette façon, un CTM un peu plus long peut être nécessaire. Comme cela apparaîtra à l'homme de l'art, il peut être opportun ou conseillé d'incorporer au moins des quantités plastifiantes de résine dans le mélangeur de Banbury.

Les compositions adhésives préparées ci-dessus ont été calandrées sur des supports de façon connue pour préparer des rubans adhésifs dont on a ensuite comparé les propriétés adhésives avec des rubans témoins préparés de façon classique (antérieures) avec des compositions analogues. Les propriétés adhésives des rubans testés étaient comparables et bien à l'intérieur des limites prescrites.

D'après les exemples illustratifs précités, on remarquera que la présente invention fournit un procédé de fabrication élégant pour préparer des matériaux adhésifs à base de caoutchouc dont les caractéristiques adhésives sont comparables à celles de ceux préparés selon les procédés de l'art antérieur qui sont habituellement utilisés. En d'autres termes, les matériaux adhésifs ainsi préparés selon la présente invention ne sont pas nécessairement meilleurs. En revanche, le procédé de fabrication est bien meilleur.

En résumé, la présente invention élimine la nécessité de l'opération de malaxage encombrante ainsi que les divers inconvénients inhérents à celle-ci. En outre, lorsqu'on utilise un malaxeur pour mélanger la résine, le procédé est par nécessité, un procédé discontinu dans lequel on transporte une fournée du prémélange à partir du mélangeur de Banbury jusqu'au malaxeur où on mélange une fournée du prémélange et une certaine quantité de résine pendant un certain temps, par exemple de 10 à 30 minutes. De plus, lorsqu'on prépare le prémélange

5 dans le mélangeur de Banbury plus rapidement que ne peut être effectué le mélange de la fournée dans le malaxeur, il est fréquemment nécessaire de placer d'abord le prémélange dans un malaxeur chauffé avant d'ajouter la résine.

10 Au contraire, la présente invention utilise un CTM pour mélanger la résine, et il a une longueur de seulement quelques centimètres et n'est en conséquence même pas remarquable pour l'observateur non averti. La présente invention est par ailleurs facilement adaptable et de préférence utilisée dans un fonctionnement continu qui accroît non seulement la production mais réduit matériellement les coûts de fabrication en terme de main-d'oeuvre, d'énergie et
15 d'espace. Dans un tel procédé continu, le prémélange, par exemple issu du mélangeur de Banbury, chute directement dans une extrudeuse en fonctionnement continu et des quantités mesurées de résine fondue (chauffée), sont automatiquement pompées en faisant
20 intervenir des microprocesseurs connus en soi en vue d'être mélangés dans le CTM. En d'autres termes, puisque la quantité de prémélange sortant du mélangeur de Banbury en un temps donné, par exemple de 10 minutes, est connu, comme l'est la vitesse de
25 passage du prémélange à travers l'extrudeuse, la quantité de résine nécessaire qui doit être mélangée, peut être facilement déterminée et automatiquement mesurée lorsque le prémélange est produit de manière continue dans le CTM.

30 Après la sortie du CTM, la composition adhésive obtenue, peut ensuite être soumise aux étapes finales de façon connue en soi dans le procédé de fabrication. Par exemple, lorsque l'on souhaite une masse de matériau adhésif ou un mastic, elle peut
35 ensuite être transportée jusqu'aux postes de

conditionnements habituels. Lorsque l'on souhaite obtenir un ruban, par exemple un ruban autocollant, elle peut ensuite être transportée jusqu'à un poste de calandrage où elle est déposée sur un matériau de support approprié. Après l'opération de calandrage, le ruban peut être refroidit, découpé suivant la largeur requise, enroulé sur un noyau pour obtenir des rouleaux de longueur et de largeur requises et ensuite emballé, tout ceci étant effectué de façon connue en soi.

Dans la description ci-dessus, la présente invention a été décrite en détail en se référant à la fabrication de matériaux adhésifs à base de caoutchouc. On comprendra toutefois que bien que l'invention se rapporte en particulier à la fabrication de matériaux adhésifs à base de caoutchouc, elle n'y est pas limitée mais est en fait applicable à l'incorporation de résines dans des compositions de caoutchouc en général.

Elle peut par exemple être utilisée dans la préparation de divers articles en caoutchouc, tels que des pneus, des tubes, des membranes, par exemple des membranes de couverture en résine EPDM, etc.

Elle peut être également utilisée dans la préparation de matériaux adhésifs qui ont été préparés jusqu'à maintenant selon des procédés en milieu solvaté, par exemple selon la chimie des solutions.

A titre illustratif, on peut utiliser la présente invention dans la préparation de matériaux adhésifs acryliques. De manière spécifique, on prépare des matériaux acryliques dans un procédé discontinu en commençant par la polymérisation en milieu aqueux ou en solution des matériaux acryliques. Ils sont ensuite coagulés, séchés et

extrudés pour obtenir une masse collante et chaude qui est ensuite mélangée avec la résine dans un solvant approprié, tout ceci s'effectuant en discontinu. Conformément à la présente invention, la
5 masse extrudée de matériau adhésif acrylique peut être mélangée de manière continue à la résine dans un CTM (comme cela a été décrit ci-dessus) au lieu de l'être dans une solution.

La présente invention n'est bien entendu pas
10 limitée à la description et aux exemples mentionnés ci-dessus qui sont donnés uniquement à titre illustratif. C'est ainsi que diverses variantes peuvent être apportées à ce qui vient d'être décrit sans pour cela sortir du cadre des revendications
15 annexées.

REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation d'une composition de caoutchouc comprenant au moins une résine adhésive, dans lequel on incorpore d'abord les composants de ladite composition pour former un prémélange à base de caoutchouc et dans lequel on incorpore ensuite ladite résine adhésive dans ledit prémélange au cours d'une opération de mélange séparée, caractérisé en ce que ladite résine adhésive est incorporée dans ledit prémélange dans un mélangeur par transfert à cavités pour former ladite composition de caoutchouc.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ladite résine est incorporée dans ledit mélangeur par transfert à cavités sous forme fondue.

3. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ledit mélangeur par transfert à cavités comprend principalement un organe cylindrique creux formant stator et un organe cylindrique formant rotor monté à rotation à l'intérieur de ce dernier, les surfaces cylindres en regard sur ledit rotor et ledit stator, comportant plusieurs cavités respectives disposées de façon à effectuer un mélange lorsque le matériau traverse le mélangeur à partir de son orifice d'entrée jusqu'à son orifice de sortie, lesdites cavités étant hémisphériques et disposées en rangées parallèles sur ledit rotor et ledit stator de sorte que: (a) les cavités dans les rangées voisines sur ledit stator sont décalées circonférenciellement; (b) les cavités dans les rangées voisines sur ledit rotor sont décalées circonférenciellement; et (c) les rangées des cavités sur ledit rotor et ledit stator, sont décalées axialement de sorte que l'on obtient une augmentation globale de la capacité de mélange

pour la même surface tout en ayant un effet de mélange exponentiel requis dans lequel le mélange par simple cisaillement est interrompu de manière répétitive par des phases de fractionnement et de rotation.

5

4. Procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce que ledit mélangeur par transfert à cavités est muni sur sa longueur de plusieurs orifices pour introduire ladite résine adhésive.

10

5. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ledit prémélange est formé dans un mélangeur interne.

15

6. Procédé suivant la revendication 5, caractérisé en ce que ledit mélangeur interne est un mélangeur de Banbury.

7. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ladite composition de caoutchouc est un matériau adhésif.

20

8. Procédé suivant la revendication 7, caractérisé en ce que ledit matériau adhésif comprend du caoutchouc naturel.

9. Procédé suivant la revendication 7, caractérisé en ce que ledit matériau adhésif comprend un caoutchouc synthétique.

25

10. Procédé suivant la revendication 9, caractérisé en ce que ledit caoutchouc synthétique est du caoutchouc butyle.

11. Procédé de préparation d'une composition
d'adhésif comprenant au moins une résine adhésive,
5 dans lequel on incorpore d'abord les composants de
ladite composition pour former un prémélange à base
de caoutchouc et dans lequel on incorpore ensuite
ladite résine adhésive dans ledit prémélange au cours
d'une opération de mélange séparée, caractérisé en ce
10 que ladite résine adhésive est incorporée dans ledit
prémélange dans un mélangeur par transfert à cavités
pour former ladite composition d'adhésif

12. Procédé suivant la revendication 11,
caractérisé en ce que ladite résine est incorporée
15 dans ledit mélangeur par transfert à cavités sous
forme fondue.

13. Procédé suivant la revendication 11,
caractérisé en ce que ledit mélangeur par transfert à
cavités comprend principalement un organe cylindrique
20 creux formant stator et un organe cylindrique formant
rotor monté à rotation à l'intérieur de ce dernier,
les surfaces cylindres en regard sur ledit rotor et
ledit stator, comportant plusieurs cavités
respectives disposées de façon à effectuer un mélange
25 lorsque le matériau traverse le mélangeur à partir de
son orifice d'entrée jusqu'à son orifice de sortie,
lesdites cavités étant hémisphériques et disposées en
rangées parallèles sur ledit rotor et ledit stator de
sorte que: (a) les cavités dans les rangées voisines
30 sur ledit stator sont décalées circonférenciellement;
(b) les cavités dans les rangées voisines sur ledit
rotor sont décalées circonférenciellement; et (c) les
rangées des cavités sur ledit rotor et ledit stator,
sont décalées axialement de sorte que l'on obtient
35 une augmentation globale de la capacité de mélange

pour la même surface tout en ayant un effet de mélange exponentiel requis dans lequel le mélange par simple cisaillement est interrompu de manière répétitive par des phases de fractionnement et de rotation.

5

14. Procédé suivant la revendication 12, caractérisé en ce que ledit mélangeur par transfert à cavités est muni sur sa longueur de plusieurs orifices pour introduire ladite résine adhésive.

10

15. Procédé suivant la revendication 11, caractérisé en ce que ledit prémélange est formé dans un mélangeur interne.

15

16. Procédé suivant la revendication 15, caractérisé en ce que ledit mélangeur interne est un mélangeur de Banbury.

17. Procédé suivant la revendication 11, caractérisé en ce que ladite composition de caoutchouc est un matériau adhésif à base de caoutchouc

20

18. Procédé suivant la revendication 17, caractérisé en ce que ledit matériau adhésif comprend du caoutchouc naturel.

19. Procédé suivant la revendication 17, caractérisé en ce que ledit matériau adhésif comprend un caoutchouc synthétique.

25

20. Procédé suivant la revendication 19, caractérisé en ce que ledit caoutchouc synthétique est du caoutchouc butyle.