

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑫② Date de dépôt : 13.06.14.

⑫③ Priorité :

⑫④ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 18.12.15 Bulletin 15/51.

⑫⑤ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑫⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

☐ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : *ARKEMA FRANCE Société anonyme*
— FR.

⑦② Inventeur(s) : DUBOIS JEAN-LUC, HUB SERGE et
DEFRANCISCI ALFREDO.

⑦③ Titulaire(s) : *ARKEMA FRANCE Société anonyme.*

⑦④ Mandataire(s) : *ARKEMA FRANCE Société anonyme.*

⑤④ **SOLVANT ORGANIQUE POUR PEROXYDES.**

⑤⑦ La présente invention se rapporte à une solution de
peroxyde organique dans un solvant organique, comportant
au moins un peroxyde présent dans un solvant, caractérisé
en ce que le solvant consiste en un alcool dont la chaîne
carbonée principale, portant la fonction alcool, comprend au
moins six atomes de carbone.

Elle se rapporte également à une composition thermo-
durcissable incorporant cette solution ainsi qu'à un procédé
et à une utilisation en lien avec cette composition.



SOLVANT ORGANIQUE POUR PEROXYDES

Domaine de l'invention

5 L'invention a pour objet un solvant organique et au moins un peroxyde ainsi qu'à l'utilisation plus particulière de ce solvant pour une classe particulière de peroxydes organiques dangereuses.

Il est bien entendu que l'application de ce solvant spécifique à un peroxyde dangereux, du fait de sa décomposition et de son risque de décomposition
10 exothermique, est particulièrement indiquée, considérant l'intérêt dans le cas d'espèce, mais que ce n'est en aucun cas limitée à une telle utilisation et peut tout à fait être envisagé pour d'autres peroxydes, compte tenu de ses propriétés.

Certains peroxydes sont particulièrement dangereux et peuvent, tant lors de leur fabrication que pour leur transport, se décomposer très rapidement de façon
15 exothermique et avoir pour conséquence un incendie voire une explosion. Pour éviter de tels risques, il est nécessaire d'utiliser un solvant de type A, défini comme un solvant organique ayant un point d'ébullition supérieur à 160°C, pour leur fabrication comme leur transport.

Une classe bien connue de tels peroxydes sont les peroxydes de cétone.

20

Etat de l'art

On pourra les documents DE 3512829 ou FR 2445341 comme base de divulgation d'un état de la technique dans le domaine.

A l'heure actuelle, on utilise classiquement comme solvants pour ce type de
25 peroxydes le diméthyle phthalate ou le diisobutyl phthalate. L'inconvénient majeur de ces solvants réside dans le fait qu'il appartient à la famille des phthalates qui sont des produits chimiques pour certains considérés comme nocifs et présentant des inconvénients environnementaux.

On connaît également comme solvant principal de tels peroxydes le méthyle
30 benzoate, les esters aliphatiques (en particulier le TXIB[®]) mais aucun de ces solvants ne donnent pleinement satisfaction.

En effet, il est souhaitable dans certaines applications d'avoir une solution de solvant et au moins un peroxyde, qui présente une viscosité la plus faible possible afin qu'elle soit facilement dispersée en fines gouttelettes, par exemple par l'intermédiaire d'une buse ou d'un pistolet.

5 En outre, un critère important réside dans l'absence de libération de gaz du mélange (peroxyde + solvant) dans le temps, par exemple lors d'un stockage, ce gaz marquant une détérioration significative des propriétés/caractéristiques du mélange.

10 Enfin, lorsqu'on prépare un peroxyde nécessitant la présence d'un solvant sont classiquement présents une solution avec une phase aqueuse et une phase huileuse ou organique (mélange du dit solvant organique avec le ou les peroxydes) contenant le ou les peroxydes. Ensuite, seule la phase huileuse est utile et donc récupérée de sorte qu'il est nécessaire que la décantation, ou la séparation, des deux phases, organique et aqueuse, s'effectue au mieux. Le critère de décantation de la composition de solvant est donc important.

15 A l'heure actuelle, il n'existe sur le marché aucun solvant permettant d'assurer une sécurité optimale pour les peroxydes du type cétone et susceptible de remplir également au mieux l'ensemble des propriétés et caractéristiques indiquées ci-dessus.

Brève description de l'invention

20 Il a été constaté, après diverses expériences et manipulations, et contrairement aux enseignements de l'état de la technique, qu'un alcool spécifique permet de répondre aux exigences susvisées.

25 L'homme du métier sait que les alcools sont des composants polaires susceptibles de présenter des interactions avec l'eau. Il ne sera donc pas enclin à envisager leur utilisation comme solvant de peroxyde dans une solution contenant par ailleurs une phase aqueuse, la séparation des deux phases étant rendue difficile par l'utilisation d'un alcool.

30 Ainsi, la présente invention concerne une solution de solvant organique pour peroxyde, comportant au moins un peroxyde présent dans un solvant, caractérisé en ce que le solvant consiste en un alcool dont la chaîne carbonée principale, portant la fonction alcool, comprend au moins six atomes de carbone.

Selon un mode d'exécution préféré de l'invention, le peroxyde est choisi parmi les peroxydes de cétone.

La présente invention présente un avantage supplémentaire conséquent en ce qu'un alcool utilisé comme solvant et répondant aux exigences susvisés peut consister de préférence en un produit renouvelable, c'est-à-dire obtenu à partir de matières premières renouvelables, de préférence des matières végétales, et dont le stock peut en conséquence se reconstituer sur une période courte à l'échelle humaine.

De façon pratique, la nature renouvelable d'un composant provient du fait qu'au moins une partie des atomes de carbone est d'origine renouvelable, cette partie d'origine renouvelable pouvant être déterminée selon la norme ASTM D 6866-06.

A la différence des matériaux issus de matières fossiles, les matières premières renouvelables contiennent du ^{14}C . Tous les échantillons de carbone tirés d'organismes vivants (animaux ou végétaux) sont en fait un mélange de 3 isotopes : ^{12}C (représentant environ 98,892 %), ^{13}C (environ 1,108 %) et ^{14}C (traces: $1,2 \cdot 10^{-10}$ %). Le rapport $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ des tissus vivants est identique à celui de l'atmosphère. Dans l'environnement, le ^{14}C existe sous deux formes prépondérantes : sous forme de gaz carbonique (CO_2), et sous forme organique, c'est-à-dire de carbone intégré dans des molécules organiques.

Dans un organisme vivant, le rapport $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ est maintenu constant par le métabolisme car le carbone est continuellement échangé avec l'environnement extérieur. La proportion de ^{14}C étant constante dans l'atmosphère, il en est de même dans l'organisme, tant qu'il est vivant, puisqu'il absorbe ce ^{14}C au même titre que le ^{12}C ambiant. Le rapport moyen de $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ est égal à $1,2 \times 10^{-12}$.

Le ^{12}C est stable, c'est-à-dire que le nombre d'atomes de ^{12}C dans un échantillon donné est constant au cours du temps. Le ^{14}C est radioactif, le nombre d'atomes de ^{14}C dans un échantillon décroît au cours du temps (t), sa demi-vie étant égale à 5730 ans. La teneur en ^{14}C est sensiblement constante depuis l'extraction des matières premières renouvelables.

De préférence, le solvant organique selon l'invention consiste ainsi en du octan-2-ol, encore plus préférentiellement obtenu directement à partir de la plante de ricin.

- 4 -

Selon une possibilité plus classique offerte par l'invention, le solvant organique selon l'invention consiste en le 2-éthyle-hexanol.

5 D'autres caractéristiques et particularités du mélange primaire de l'invention sont présentées ci-après :

- de préférence, la solution comprend uniquement un solvant et un peroxyde ou deux solvants et un peroxyde;

- idéalement, la proportion de solvant sur celle de peroxyde s'établit entre 10 % et 90 % en poids de la solution, de préférence entre 35% et 65% ;

10 - selon une particularité de l'invention, le peroxyde est le méthyle éthyle cétone ;

- selon une possibilité offerte par l'invention, la solution selon l'invention comporte en outre un second solvant alcool, présent au plus à hauteur de 15% en poids de la solution, de préférence consistant en l'alcool de diacétone.

15 Dans ce dernier cas, il faut noter que des résultats légèrement meilleurs et notables ont été obtenus lorsqu'on ajoute un co-solvant (solvant secondaire) consistant en particulier en l'alcool diacétone pour les peroxydes de cétone. D'autres co-solvants, ou solvants secondaires, ajouté au solvant alcoolique selon l'invention sont utilisés avec intérêt (meilleurs résultats sur les tests notés ci-dessous) lorsque l'on considère d'autres peroxydes ou familles de peroxydes.

20

L'invention se rapporte également à une composition thermodurcissable polymérisable et/ou réticulable, comportant au moins des unités monomères et/ou un polymère, caractérisée en ce qu'elle comprend une solution telle que définie ci-dessus.

25 Des résines thermodurcissables acceptables pour être réticulé conformément au procédé selon la présente invention comprennent les résines polyesters insaturés, les résines vinyle ester, les résines (méth)acrylate, les polyuréthanes, les résines époxy, et les mélanges de ceux-ci tels que les mélanges de résines polyesters insaturés et de résines époxy ou des mélanges de différentes résines polyesters insaturés.

Des résines préférées sont les résines (méth)acrylate, des résines polyesters insaturés et des résines vinyle ester.

Dans le cadre de la présente invention, les termes « résines polyester insaturé » et résine polyesters insaturés se réfèrent au mélange de résine polyester insaturé et de
5 composant monomérique éthyléniquement insaturé. Le terme « résine (méth)acrylate » se réfère au mélange de résine acrylate ou méthacrylate et de composant monomérique éthyléniquement insaturé. Les résines polyesters insaturés et les résines acrylate définies ci-dessus sont bien connues de l'homme du métier et disponibles dans le commerce.

Des résines polyesters insaturés adaptées pour être réticulées selon le procédé de
10 la présente invention sont dénommées ortho-résines, iso-résines, iso-npg résines, et résines dicyclopentadiène (DCPD). Des exemples de telles résines sont les résines du type maléique, fumarique, allylique, vinylique et époxy, des résines bisphénol A, des résines téréphtaliques et des résines hybrides.

Des résines vinyles ester comprennent des résines acryliques, basées sur par
15 exemple du méthacrylate, diacrylate, diméthacrylate et des oligomères de ceux-ci.

Une résine polyester insaturé ou vinyle ester peut contenir un monomère. Des exemples de monomères adaptés sont des composants monomériques éthyléniquement insaturé tels que le styrène et les dérivés du styrène comme le styrène o-méthyle, le toluène vinyle, l'indène, le divinyle benzène, le vinyle pyrrolidone, le vinyle siloxane, le
20 vinyle caprolactame, le stilbène, mais également le diallyle phtalate, le dibenzylidène acétone, l'allyle benzène, le méthyle méthacrylate, le méthacrylate, l'acide (méth)acrylique, les diacrylates, les diméthacrylates, les acrylamides, l'acétate de vinyle, le cyanurate de triallyle, l'isocyanurate de triallyle, les composants allyle qui sont par exemples utilisés dans des applications optiques (tels que le carbonate diallyle
25 glycol (di)éthylène), le chlorostyrène, le styrène tert-butyle, le tert-butylacrylate, le butanediol diméthacrylate et les mélanges de ceux-ci.

Des exemples appropriés de diluants réactif (méth)acrylate sont le PEG200 di(méth)acrylate, le 1,4-butanediol di(méth)acrylate, le 1,3-butanediol di(méth)acrylate, le 2,3-butanediol di(méth)acrylate, le triéthylèneglycol di(méth)acrylate, le glycérol
30 di(méth)acrylate, le triméthylol propane di(méth)acrylate, néopentyl glycol

- 6 -

di(méth)acrylate, le diporpylèneglycol di(méth)acrylate, le tripropylèneglycol di(méth)acrylate, PPG250 di(méth)acrylate, le tricyclodécane diméthylol di(méth)acrylate, le 1,10-décanediol di(méth)acrylate, le tétraéthylène glycol di(méth)acrylate, le triméthylpropanetri(méth)acrylate, le pentarythritol tétra
5 (méth)acrylate, le triméthylolpropanetri(méth)acrylate, le pentaerythritol tétra (méth)acrylate, le glycidyle (méth)acrylate, les (bis)maléimides, les (bis)citraconimides, les (bis)itaconimides, et les mélanges de ceux-ci.

La quantité de monomère éthyléniquement insaturé dans la résine représente préférentiellement au moins 0,1 % en poids de la résine polyester insaturé ou vinyle
10 ester, plus préférentiellement d'au moins 1 %, et encore plus préférentiellement d'au moins 5 % en poids. La quantité de monomère éthyléniquement insaturé représente préférentiellement au plus égal à 50 % en poids en poids de la résine, plus préférentiellement au plus 40 % et encore plus préférentiellement au plus 35 %.

15 L'invention concerne aussi une utilisation d'un alcool dont la chaîne principale, portant la fonction alcool, comprend au moins six atomes de carbone, de préférence le octan-2-ol ou le 2-éthyle hexanol, en tant que solvant organique d'au moins un peroxyde, préférentiellement choisi par les peroxydes de cétone, et plus particulièrement consistant en le méthyle éthyle cétone, afin de former une solution.

20

La description qui va suivre est donnée uniquement à titre illustratif et non limitatif.

Description détaillée de l'invention

25

La présente invention est destinée en premier lieu à assurer la sécurisation de la préparation d'un peroxyde organique de type cétone. Néanmoins, l'invention propose une solution comportant un solvant organique et un peroxyde qui comporte intrinsèquement des propriétés bien supérieures à celles de l'art antérieur.

30

S'agissant du peroxyde dans la solution, il sera choisi préférentiellement dans la famille des peroxydes de cétone. Les peroxydes de cette famille se présentent tous sous la forme suivante :



10 A titre d'exemple de composants appartenant à la famille des peroxydes de cétone, on peut citer notamment le peroxyde de méthyléthylcétone, le peroxyde d'acétalcétone le peroxyde de méthylisobutyl cétone, le peroxyde de méthylisopropyl cétone et le peroxyde de cyclohexanone.

15 L'invention n'est absolument pas limitée à l'utilisation du solvant organique avec les peroxydes de cétone et peut être envisagée pour tous les autres peroxydes. L'invention dans la suite est présentée avec des tests portant uniquement sur un peroxyde de cétone, plus précisément le peroxyde de méthyléthylcétone, mais des essais complémentaires ont permis de montrer que l'on obtenait des résultats très satisfaisants et similaires avec des peroxydes différents.

20 A titre illustratif d'autres peroxydes pouvant être envisagés dans le cadre de la présente invention, on citera ainsi les peroxydes de dialkyles (peroxydes de di-t-butyle, peroxyde de dicumyle par exemple), les peroxydes de diacyles (peroxyde de dibenzoyle, peroxyde de dilauroyle, peroxyde de di-2,4-dichlorobenzoyle par exemple), les hydroperoxydes (hydroperoxyde de t-butyle, hydroperoxyde d' α -cumyle, hydroperoxyde de 1-phényl-éthyle par exemple), les peroxyacides (l'acide peroxyacétique, l'acide p-nitro-peroxybenzoïque par exemple), les peroxyesters (peroxyacétate de t-butyle, peroxy-pivalate de t-butyle, peroxybenzoate de t-butyle par exemple), les peroxycétals (1,1-di-(t-butylperoxy)-3,3,5-triméthylcyclohexane, 1,1-di-(t-butylperoxy) cyclohexane, 2,2-di-(cumylperoxy) propane par exemple), les peroxydicarbonates (peroxydicarbonate de diisopropyle, peroxydicarbonate de di-sec-butyle, peroxydicarbonate de di-2-butoxyéthyle par exemple), les peroxydes de sulfonyles (peroxyde d'acétylcyclohexane-sulfonyle par exemple) et les peroxydes de silyles (vinyltri-(t-butylperoxy)silane, cumylperoxytriméthylsilane par exemple).

30

S'agissant de l'alcool dans la solution, il a été constaté par la demanderesse que les propriétés remarquables présentées ci-dessus sont obtenus avec des alcools présentant une chaîne principale, celle portant la fonction alcool (OH), possédant au moins six atomes de carbone. En effet, il a été constaté, avec un pentanol, une
5 dégradation notable des résultats obtenus avec un hexanol.

Dans la suite, les tests relatifs à la solution selon l'invention sont réalisés avec du octan-2-ol et de l'2-éthyle-hexanol mais il a été démontré que d'autres alcools répondant à la définition principale de la présente invention présentaient des résultats intéressants comparables.

10

S'agissant de la composition polymérisable et/ou réticulable selon l'invention, elle ajoute à la solution des unités monomères polymérisables et/ou au moins un polymère réticulable. Autrement dit la solution « méthyléthylcétone + octan-2-ol / l'2-éthyle-hexanol » est plus classiquement destinée à la polymérisation/réticulation de
15 résines thermodurcissables

A cette composition, on peut éventuellement ajouter différents composants ou additifs pouvant comprendre ses sels métalliques destinés à promouvoir la décomposition du peroxyde organique en radicaux libres, des copromoteurs de la
20 décomposition du peroxyde organique tels que les amines aromatiques tertiaires, l'acétyl acétone, l'acétoacétate d'éthyle ou encore la N,N-diéthyl acéto acétamide ; des agents de protection UV ; des agents de mise en œuvre, ayant pour fonction d'améliorer l'aspect final lors de sa mise en œuvre, telles que les amides grasses, l'acide stéarique et ses sels, l'éthylène bis-stéaramide ou les polymères fluorés ; des agents anti-buée ; des
25 agents anti-bloquants tels que la silice ou le talc ; des charges telles que le carbonate de calcium et des nanocharges comme par exemple les argiles ; des agents de couplage tels que les silanes ; des agents antistatiques ; des agents nucléants ; des pigments ; des colorants ; des plastifiants ; des fluidifiants et des additifs retardateurs de flamme tels que les hydroxydes d'aluminium ou de magnésium.

30

Cette composition peut être utilisée pour produire des matériaux composites, tels que des laminés résine/fibre de verre, ou résine fibre de carbone, ou résine fibres végétales, ou encore résine/fibre plastiques. Elle peut être aussi utilisée comme liant

dans la production de minéraux reconstitués, tels que le marbre reconstitué, les granites reconstitués, l'hydroxyde d'aluminium ($\text{Al}(\text{OH})_3$), pour citer les plus courants.

Selon l'invention un ou plusieurs retardateurs de réticulation peuvent être aussi introduit dans la composition, tels que les composés antioxydants de la famille des hydroquinones et des antioxydants phénoliques.

Ces additifs sont généralement utilisés dans des teneurs comprises entre 10 ppm et 10000 ppm en poids par rapport au poids de résine final. Les plastifiants, les fluidifiants et les additifs retardateurs de flamme peuvent atteindre des quantités bien supérieures à 10000 ppm.

Exemple de préparation d'une solution selon l'invention :

La préparation de la solution selon l'invention, à savoir comportant le solvant organique selon l'invention et au moins un peroxyde, est réalisée de façon totalement classique et bien connue de l'homme du métier.

Par ailleurs, lorsque le solvant selon l'invention est utilisé pour la préparation/fabrication du peroxyde organique, comme par exemple dans le cas des peroxydes de cétone et plus particulièrement du méthyléthylcétone, ladite préparation ou ladite fabrication n'est en rien modifiée et seul le peroxyde utilisé dans l'art antérieur comme solvant est remplacé par un solvant selon la présente invention.

Tests réalisés :

Dans la suite, les solvants selon l'invention testés sont le octan-2-ol et l'2-éthylhexanol et ces derniers sont comparés aux solvants typiquement utilisés avec les peroxydes organiques de cétone, à savoir le TXIB (2,2,4-triméthyl-1,3-pentanediol diisobutyrate de la famille des esters aliphatiques), le DMP (Phtalate de Diméthyle) et le DIBP (diisobutyl phtalate).

Toutes ces solutions comportent exactement le même peroxyde, en l'espèce la méthyléthylcétone, et le même rapport de quantité de ce dernier par rapport au solvant organique, et ce afin de comparer strictement les propriétés du solvant organique et son interaction et ses synergies avec le peroxyde, étant rappelé que des tests complémentaires ont montré que les conclusions tirées des expériences présentées ci-

dessous sont obtenus de manière sensiblement équivalentes avec d'autres peroxydes, autrement dit des peroxydes appartenant à d'autres familles que celle des peroxydes de cétone.

5 - Mesure de viscosité

La mesure de viscosité est réalisée sur les solutions à l'aide d'un appareil HAAKE Viscotester VT550 équipé d'un mobil NT à 20°C. Il est nécessaire d'obtenir une solution dont la viscosité est inférieure à 15 mPa.s afin d'autoriser son emploi dans des circonstances spéciales, en particulier pour sa projection en fines gouttelettes à l'aide
10 d'une buse étroite ou d'un pistolet.

On relève une viscosité de 13 mPa.s pour les deux solutions comportant de la méthyléthylcétone et respectivement l'octan-2-ol et le 2-éthyle-hexanol.

La solution comportant de la méthyléthylcétone et du DIBP présente une viscosité de 31 mPa.s tandis que celles avec le TXIB et le DMP présentent toutes deux une valeur
15 de viscosité égale à 16 mPa.s.

- Mesure de production de gaz

Cette mesure correspond au « gassing test » qui consiste à mesurer la déformation d'une bouteille en LDPE (« Low-density polyethylene ») contenant du peroxyde organique et hermétiquement fermée lors d'un séjour de cinq jours en étuve à 50°C. Ce
20 test utilise un flacon en PE de 60 ml de forme ovale sur lequel a été tracée une marque à 2,5 pouces (soit 6,35 cm ; un Pouce étant égal à 2,54 centimètres) à partir du fond de la bouteille en plastique. 30 ml de peroxyde à analyser sont déposés dans ce flacon. Le « gassing test » permet de déterminer un facteur « F ». Ce facteur est calculé sur la
25 différence de niveau entre la marque préalablement tracé en début d'essai à 2,5 pouces et le niveau final de peroxyde mesuré après cinq jours à 50°C.

Un facteur de « Gassing test » acceptable doit être inférieur ou égal à 2.

Le mode opératoire détaillé est le suivant :

- Tarer avec son bouchon un flacon ovale en PE sur lequel a été préalablement
30 tracée une marque à 2.5 pouces,
- Introduire 30 ml de peroxyde à analyser dans ce flacon,
- Peser de nouveau ce flacon et en déduire la masse de peroxyde introduite,

- Presser les côtés de la bouteille en PE jusqu'à ce que le niveau du contenu atteigne le niveau de 2.5 pouces, puis boucher hermétiquement la bouteille.

- Laisser pendant 48h, les flacons à température ambiante afin de vérifier la bonne étanchéité de chacun des bouchons (le niveau de peroxyde doit toujours être au niveau du trait tracé),

- Déposer les flacons dans une étuve ventilée à 50°C pendant 5 jours,

- En fin d'essai, peser le flacon et en déduire la perte massique,

- Mesurer la différence du niveau entre la marque de 2.5 pouces et le niveau final du peroxyde. Le facteur de « Gassing test » (F) se calcule en assignant un point par chaque 1/8 de pouce (0.3175 cm) entre le niveau final du liquide et la marque tracée initialement à 2.5 pouces. Un facteur F inférieur ou égal à 2 indique que le peroxyde passe le « gassing test ».

On constate après une durée de 5 jours que le volume intérieur de la bouteille est resté stable (pas d'expansion apparente de la bouteille, ni aucune surpression à l'ouverture de ladite bouteille) pour la solution comportant l'octan-2-ol tandis que la surpression a causé une déformation importante de la bouteille due à l'expansion des gaz dégagés par les émulsions considérées.

Plus précisément, la solution comportant le TXIB a donné un facteur F de 0,63 correspondant à une baisse de niveau dans la bouteille en LDPE de 0,2 cm.

- Mesure de décantation des deux phases organique et aqueuse

Dans ce test, on réalise la synthèse d'environ 300 g de peroxyde de méthyléthylcétone, en ajoutant le méthyle éthyle cétone dans chacun des solvants, les deux (octan-2-ol et l'2-éthyle-hexanol) selon l'invention et les trois (TXIB, DMP et DIBP) selon l'art antérieur, puis en ajoutant une solution d'acide et de l'eau oxygénée. Dès la fin de la réaction entre le peroxyde d'hydrogène et la MEK, chacune de ces solutions se présente comme une émulsion d'aspect trouble. Elles sont placées dans une ampoule à décanter. On laisse ensuite décanter les deux phases.

On constate que les deux phases, organique et aqueuse, sont parfaitement séparées au bout de une minute tandis que pour les solutions selon l'art antérieur, les temps de séparation des deux phases sont approximativement les suivants :

- pour la solution avec le TXIB : entre 10 et 15 minutes,
- pour la solution avec le DIBP : 10 minutes.

REVENDICATIONS

1. Solution de peroxyde organique dans un solvant organique, comportant au moins un peroxyde présent dans un solvant, caractérisé en ce que le solvant consiste en un alcool dont la chaîne carboné principale, portant la fonction alcool, comprend au moins six atomes de carbone.

2. Solution selon la revendication 1, caractérisé en ce que le peroxyde est choisi parmi les peroxydes de cétone.

10

3. Solution selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le solvant consiste en le octan-2-ol.

4. Solution selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le solvant consiste en le 2-éthyle hexanol.

15

5. Solution selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la proportion de solvant sur celle de peroxyde s'établit entre 10 % et 90 % en poids de la solution, de préférence entre 35% et 65%.

20

6. Solution selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le peroxyde est la méthyléthylcétone.

7. Solution selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'elle comprend uniquement un solvant et un peroxyde.

25

8. Solution selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre un second solvant alcool, présent au plus à hauteur de 15 % en poids de la solution, de préférence consistant en l'alcool de diacétone.

30

9. Composition thermodurcissable polymérisable et/ou réticulable, comportant au moins des unités monomères et/ou un polymère, caractérisée en ce qu'elle comprend une solution selon l'une quelconque des revendications précédentes.

- 5 10. Utilisation d'un alcool dont la chaîne principale, portant la fonction alcool, comprend au moins six atomes de carbone, de préférence le octan-2-ol ou le 2-éthyle-hexanol, en tant que solvant organique d'au moins un peroxyde, préférentiellement choisi par les peroxydes de cétone, et plus particulièrement consistant en le méthyle éthyle cétone, afin de former une solution selon l'une
- 10 10. Utilisation d'un alcool dont la chaîne principale, portant la fonction alcool, comprend au moins six atomes de carbone, de préférence le octan-2-ol ou le 2-éthyle-hexanol, en tant que solvant organique d'au moins un peroxyde, préférentiellement choisi par les peroxydes de cétone, et plus particulièrement consistant en le méthyle éthyle cétone, afin de former une solution selon l'une quelconque des revendications 1 à 8.



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement
national

FA 797235
FR 1455384

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	US 3 557 009 A (MCCLOSKEY CHESTER M ET AL) 19 janvier 1971 (1971-01-19) * revendications 3, 5, 7, 8; exemples 1, 5, 6A, 8-10, 13 *	1-10	C08K5/05 C08K5/14 C07C409/16
X	GB 1 072 728 A (WALLACE & TIERNAN INC) 21 juin 1967 (1967-06-21) * revendications 2, 3, 6, 17-19, 27, 31-35 *	1-3,5-7, 10	
X	WO 2011/033232 A1 (ARKEMA FRANCE [FR]; KEROMNES LAURENT [FR]; DEVISME SAMUEL [FR]; CORFIA) 24 mars 2011 (2011-03-24) * page 9, ligne 4, 5, 11-16; revendications 1-6 *	1,4,5, 7-10	
X	US 5 808 110 A (TORENBECK REINDER [NL] ET AL) 15 septembre 1998 (1998-09-15) * revendications 1, 6, 7, 9 *	1,2,5-7, 9,10	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			C07C C08K
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
9 décembre 2014		Lohner, Pierre	
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			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1455384 FA 797235**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **09-12-2014**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 3557009	A	19-01-1971	AUCUN	

GB 1072728	A	21-06-1967	AUCUN	

WO 2011033232	A1	24-03-2011	FR 2950352 A1	25-03-2011
			WO 2011033232 A1	24-03-2011

US 5808110	A	15-09-1998	AT 176910 T	15-03-1999
			AU 686466 B2	05-02-1998
			BR 9508409 A	23-12-1997
			CA 2195537 A1	08-02-1996
			CN 1153514 A	02-07-1997
			CZ 9700184 A3	16-07-1997
			DE 69507956 D1	01-04-1999
			DE 69507956 T2	09-09-1999
			EP 0772609 A1	14-05-1997
			HU 216142 B	28-04-1999
			JP 3794701 B2	12-07-2006
			JP H10503229 A	24-03-1998
			PL 318322 A1	09-06-1997
			RU 2154649 C2	20-08-2000
			TW 414709 B	11-12-2000
			US 5808110 A	15-09-1998
			WO 9603397 A1	08-02-1996
