



N° 897.127

Classif. Internat.:

C08J/B 290/829

Mis en lecture le:

27 -12- 1983

LE Ministre des Affaires Economiques,

*Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention;**Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle;**Vu le procès-verbal dressé le 24 juin 1983 à 10 h. 00*

au Service de la Propriété industrielle;

ARRÊTE :**Article 1.** - Il est délivré à la Sté dite : COSDEN TECHNOLOGY INC.

100 West 10th Street, Wilmington, Delaware (Etats-Unis d'Amérique)

repr. par Mr. J.C. Detrait, c/o Labofina S.A., Siège de Feluy, Zoning Industriel, 6520 Feluy

un brevet d'invention pour: Procédé et appareillage pour fabriquer des articles en mousse flexible,

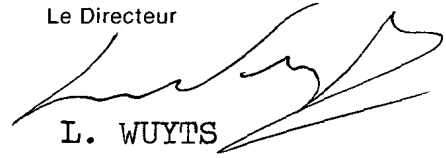
qu'elle déclare avoir fait l'objet de demandes de brevet déposées aux Etats-Unis d'Amérique le 30 juin 1982, n°s. 393.910, 393.911 et 393.973 au nom de A.H. Searl, G.J. Hanh et R.N. Rutledge dont elle est l'ayant cause.

Article 2. - Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 27 décembre 1983
PAR DELEGATION SPECIALE:

Le Directeur


L. WUYTS

097127

MEMOIRE DESCRIPTIF

déposé à l'appui d'une

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

formée par

la Société dite : COSDEN TECHNOLOGY INC.

pour

PROCEDE ET APPAREILLAGE POUR FABRIQUER DES ARTICLES EN MOUSSE FLEXIBLE

Inventeurs : MM. Alonzo H. SEARL, Granville J. HAHN et Raleigh N. RUTLEDGE

Priorité de trois demandes de brevet déposées aux Etats-Unis d'Amérique le

30 juin 1982 sous les numéros 393.910, 393.911 et 393.973 au nom de

Alonzo H. SEARL, Granville J. HAHN et Raleigh N. RUTLEDGE, dont la Deman-

deresse est l'ayant-droit.

AK

PROCEDE ET APPAREILLAGE POUR FABRIQUER DES ARTICLES EN

MOUSSE FLEXIBLE

La présente invention se rapporte à un procédé et un appareillage pour fabriquer des articles comme des tubes pour l'isolation des tuyaux, à partir d'une matière se présentant sous la forme d'une mousse. Plus particulièrement, la présente invention concerne un procédé et un appareillage pour fabriquer des articles imperméables, fortement flexibles, à partir d'une mousse d'un polymère comme le polyéthylène ou le polypropylène.

Dans l'état antérieur de la technique, on décrit des méthodes pour expander des polymères comme le polystyrène ou pour expander des élastomères comme les caoutchoucs synthétiques. Il est bien connu que des produits préparés à partir de polymères et d'élastomères expansés donnent des bonnes propriétés d'isolation dans certaines circonstances. Par exemple, le polystyrène expansé, lorsqu'il est expansé sous forme de grandes feuilles plates a été utilisé pour l'isolation des habitations et placé entre le mur extérieur et le mur intérieur. De la même manière, des élastomères expansés comme des caoutchoucs ont été utilisés pour l'isolation des tuyaux de conditionnement d'air ou des tuyaux d'eau dans les bâtiments privés ou commerciaux. Il est également bien connu que l'on peut expander d'autres polymères comme le polyéthylène pour fabriquer d'autres matériaux d'isola-

✱

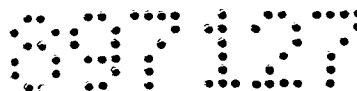
tion avantageux. Malheureusement, tous les polymères ou élastomères connus présentent divers désavantages lorsqu'ils sont utilisés comme matériau d'isolation.

Par exemple, lorsque l'on expande des matériaux comme le polystyrène ou le polyéthylène pour les utiliser en tant qu'isolants, le produit résultant est généralement rigide et/ou cassant, ce qui les rend difficilement utilisables sur des objets comme les tuyaux d'eau ou de conditionnement d'air qui présentent un nombre considérable de courbures et de coudes. D'autre part, un caoutchouc synthétique expansé comme le néoprène fournit un matériau d'isolation flexible, mais il est très coûteux à cause du prix de la matière première. De plus, beaucoup, si pas tous les élastomères utilisés comme matériau expansé d'isolation ont pour inconvénient d'être perméables à l'humidité, ce qui fait perdre au matériau ses propriétés d'isolation et permet la migration de l'humidité dans la ligne isolée favorisant ainsi la corrosion et la formation de mildiou.

En plus de ces désavantages, beaucoup d'élastomères qui sont expandés pour former un matériau d'isolation ne donnent pas un produit final flexible à cause de la réticulation de l'élastomère.

De plus, les caoutchoucs expansés sont sujets à la dégradation par l'ozone contenu dans l'atmosphère et par les rayons ultraviolets provenant de la lumière solaire naturelle ou d'une autre source.

De plus, le produit expansé préparé à partir de caoutchouc pur a une densité finale de 96 kg/m^3 . D'autre part, le polyéthylène expansé a une densité de 32 kg/m^3 . Par conséquent, même si les coûts matières étaient égaux, il faudrait utiliser trois fois plus d'élastomère que de polymère par



unité de volume mettant ainsi le coût de l'élastomère expansé à au moins trois fois celui du polymère. De plus la fabrication d'élastomère expansé nécessite l'utilisation d'un système de chauffage coûteux comme les fours à ondes pour permettre la réticulation.

La présente invention a pour but de remédier à ces divers inconvénients.

La présente invention a pour objets un procédé et un appareillage pour fabriquer des matériaux expansés présentant une grande flexibilité et une excellente imperméabilité.

La présente invention a également pour objet un matériau d'isolation particulièrement résistant au feu, préparé selon le procédé de l'invention.

Le procédé de la présente invention pour former des articles en matériau expansé flexible, imperméable et de faible densité pour l'isolation de tuyaux de conditionnement d'air ou autre est caractérisé en ce qu'il comprend les étapes qui consistent à :

- choisir un polymère fortement imperméable et ayant un paramètre de solubilité prédéterminé;
- mélanger ce polymère avec des particules d'élastomère ayant un paramètre de solubilité voisin de celui du polymère, ce mélange ayant une vitesse de variation de viscosité "Brabender" d'environ 180 à 360 g.m/°C à une température correspondant à une viscosité "Brabender" de ce mélange, lorsqu'il est fondu, d'environ 1500 à 2500 m.g.;
- soumettre ce mélange à des forces de cisaillement de manière à le fondre;
- injecter dans ce mélange fondu un agent gonflant de faible toxicité, rela-

1

tivement ininflammable et ayant une température de changement de phase gaz-liquide prédéterminée;

- permettre l'expansion de ce mélange fondu, en fonction de la gazéification de l'agent gonflant, à une température permettant d'obtenir la formation de cellules fermées dans un intervalle de viscosité compris entre 1500 et 2500 g.m;
- extruder et refroidir le mélange expansé en un produit fini désiré.

Le procédé et l'appareillage de la présente invention sont également décrits à l'aide de dessins annexés, où :

- La Figure 1 représente un diagramme donnant la relation viscosité-température pour le polyéthylène;
- la Figure 2 représente un diagramme donnant la relation viscosité-température pour un mélange comprenant du polypropylène et un copolymère éthylène-propylène;
- la Figure 3 représente un diagramme donnant les relations viscosité-température de plusieurs mélanges polyéthylène-polyisobutylène;
- la Figure 4 représente un diagramme donnant les relations viscosité-température de plusieurs mélanges de polypropylène et d'élastomères;
- la Figure 5 représente un diagramme donnant les relations viscosité-température de deux élastomères différents;
- la Figure 6 représente un diagramme schématique de l'appareillage utilisé pour réaliser le procédé de l'invention.
- les Figures 7 à 13 représentent diverses vues de tubes en polymère expansé réalisés selon la présente invention.

Au cours de la fabrication de matériaux thermoplastiques expansés



à partir d'élastomères ou de polymères expansibles, le matériau est tout d'abord porté à sa température de fusion. On y injecte ensuite des composants liquides facilement vaporisables de manière à créer des bulles à l'intérieur du matériau, et finalement le matériau est solidifié par refroidissement en-dessous de la température de fusion.

On a maintenant trouvé que lorsque l'on atteint une température dans le matériau fondu pour laquelle la viscosité commence à augmenter très rapidement, le matériau se trouve alors dans un état approprié pour être transformé en produit expansé.

Généralement, un accroissement de viscosité de l'ordre de 180 à 360 g.m/°C indique que le matériau peut être expansé, tandis que des matériaux qui présentent de plus faibles vitesses d'accroissement de viscosité en fonction de la température s'agglomèreront après avoir été expansés à la tête de la filière d'extrusion.

On a utilisé un viscosimètre du type Brabender (à rouleau) pour mesurer les viscosités et pour établir les paramètres des divers matériaux élastomériques.

On a réglé la vitesse de rotation du Brabender de manière à obtenir une vitesse périphérique sur les pales égale ou proche de la vitesse de cisaillement que le polymère rencontre lorsqu'il traverse l'orifice de la filière. La vitesse de rotation dans le Brabender que l'on a trouvé être la plus proche de la vitesse de cisaillement à travers la filière était de 20 tours/minute.

Le choix de l'agent gonflant est également très important pour réussir l'opération d'expansion. Les critères qui influencent le choix de

★

l'agent gonflant sont très stricts et englobent notamment les conditions relatives à la toxicité et à l'inflammabilité. Un autre facteur important dans le choix de l'agent gonflant réside dans le fait que la température du changement de phase gaz-liquide doit se trouver dans l'intervalle approprié pour l'expansion du polymère. Lorsque l'on utilise ces critères, c'est-à-dire, non-toxicité, ininflammabilité et intervalle correct de température pour le changement de phase gaz-liquide, le choix de l'agent gonflant s'oriente vers les hydrocarbures fluorocarbonés gazeux, du type Fréon. Ceux-ci peuvent être liquéfiés et injectés dans le polymère fondu de manière à donner le mécanisme d'expansion correcte pour former les cellules.

On a également trouvé que lorsque l'on fait tourner le viscosimètre du type Brabender à une vitesse de 20 tours/minute, la viscosité du polymère que l'on mesure, à une température proche de celle requise pour produire une mousse par injection d'un hydrocarbure fluorocarboné dans le polymère, est comprise entre 1500 et 2500 g.m. Pour du polyéthylène, la température d'expansion est comprise entre environ 93 et environ 110°C. Pour du polypropylène, la température d'expansion est comprise entre environ 138 et 166°C. Par analogie avec d'autres viscosimètres, l'intervalle de viscosité entre 1500 et 2500 g.m correspond à un intervalle de viscosité compris entre 15.000 et 30.000 poises.

Comme on l'a déjà mentionné, lorsque la température atteinte par le polymère fondu est telle que la viscosité augmente très rapidement, le polymère se trouve à ce moment dans un état approprié pour être expansé selon le procédé de l'invention. Un accroissement de viscosité de l'ordre de 180 à 360 g.m/°C indique que le polymère peut être expansé selon le procédé de la

★

présente invention. Des matériaux qui présentent des vitesses d'accroissement de viscosité plus faibles en fonction de la température dans un intervalle de viscosités comprises entre 1500 et 2500 g.m, s'aggloméreront après avoir été expansés à la tête de la filière d'extrusion. En dessous d'une viscosité de 1500 g.m, le polymère ne sera pas suffisamment rigide pour retenir l'hydrocarbure fluorocarboné gazeux et dès lors les cellules vont s'affaïsser. Par contre, pour des matériaux ayant une viscosité trop élevée, par exemple supérieure à 2500 g.m, la rigidité du matériau va empêcher son expansion complète et il en résultera un produit ayant une densité beaucoup trop élevée. Malheureusement, pour la plupart des polymères, l'intervalle de température dans lequel la viscosité du polymère fondu est comprise entre 1500 et 2500 g.m, est extrêmement petit. Cet intervalle de température, désigné également par le terme "fenêtre" est un facteur critique pour l'expansion des polymères. Si la fenêtre est extrêmement étroite, par exemple 1 à 2°C, il sera très difficile de maintenir le polymère à une température constante dans un intervalle aussi étroit, de sorte que la mousse produite ne sera pas homogène et ne sera pas acceptée par l'utilisateur final.

On a trouvé que l'addition au polymère d'un matériau différent pouvait avoir une influence sur l'intervalle de température dans lequel tombent les viscosités appropriées. A titre d'exemple, l'addition d'un élastomère va élargir la fenêtre et permettre l'expansion du matériau en un produit expansé acceptable.

On a également trouvé que tout élastomère ne peut pas être ajouté à n'importe quel polymère. Il existe un critère supplémentaire qui doit être pris en considération lorsque l'on ajoute des élastomères à des poly-

mères; il s'agit des paramètres de solubilité des matériaux constituant le mélange. On a trouvé que dans des mélanges polymère-élastomère pour lesquels les paramètres de solubilité des deux constituants sont largement divergents, il y avait une séparation de phase. Bien que les deux matériaux puissent être compatibles dans des mélanges où l'on a une faible proportion de l'un ou de l'autre, ils deviennent incompatibles lorsque les proportions relatives de l'un par rapport à l'autre deviennent significatives. Par exemple, un mélange de polyéthylène et de chlorure de polyvinyle en faible proportion, c'est-à-dire environ 1 à 2%, peut être réalisé avec succès. Pour toutes concentrations plus élevées, soit plus de 10%, le mélange perd son intégrité ainsi que sa résistance physique, et il se produit une séparation. Les paramètres de solubilité pour le polyéthylène et le chlorure de polyvinyle sont respectivement de 7,98 et 9,55. On donne dans le Tableau I suivant une liste de paramètres de solubilité de plusieurs polymères et élastomères bien connus.

Tableau I

Paramètre de solubilité par matériaux

<u>Polymère</u>	<u>Paramètre de solubilité</u>
Polytétrafluoroéthylène	6,2
Polypropylène	7,38
Caoutchouc éthylène-propylène (50% éthylène)	7,68
Caoutchouc éthylène-propylène (60% éthylène)	7,74
Polyéthylène	7,98
Polyisobutylène	8,18
Polystyrène	9,12
Polyméthylméthacrylate	9,12
Chlorure de polyvinyle	9,55

4

En consultant le Tableau ci-dessus, on remarque que le paramètre de solubilité du polyéthylène est de 7,98 tandis que celui du chlorure de polyvinyle est de 9,55; ces valeurs sont fortement différentes l'une de l'autre, ce qui signifie que les deux matériaux sont fondamentalement incompatibles en des quantités supérieures à environ 5%.

D'autre part, si l'on considère le paramètre de solubilité du polyéthylène de 7,98 et celui du polyisobutylène de 8,18, on peut dire qu'ils sont très proches l'un de l'autre et que ces deux matériaux pourraient être mélangés avec succès. Puisque le polyéthylène donne un polymère ayant de fortes caractéristiques d'expansion, et que le polyisobutylène est un élastomère procurant une grande flexibilité, la combinaison des deux en un mélange expansible formera un produit expansé ayant une grande flexibilité aussi bien qu'une bonne imperméabilité.

Par conséquent les paramètres se rapportant à la réussite ou à l'échec d'un matériau expansé comprennent l'intervalle de viscosité ainsi que la vitesse de variation de viscosité en fonction de la température, ces paramètres constituant les conditions mécaniques du matériau. En plus de ces conditions mécaniques ou physiques, le matériau doit également posséder des parois de bulle d'épaisseur suffisante pour assurer la résistance, ainsi qu'une structure chimique particulière pour empêcher la diffusion de l'agent gonflant. On peut également dire que les matériaux choisis doivent posséder des paramètres de solubilité compris dans le même intervalle général pour obtenir un mélange réussi et pour empêcher une séparation de phases. Comme on l'a déjà mentionné, les matériaux à expanser doivent se situer dans un intervalle particulier de viscosité pour former avec succès des bulles ou des

★

cellules par réaction avec l'agent gonflant. Pour des viscosités supérieures à environ 2500 g.m le matériau est trop rigide pour former des bulles suffisamment grandes, tandis que pour des viscosités inférieures à environ 1500 g.m le matériau est trop léger, il ne supportera pas la structure cellulaire, mais va s'affaïsser.

En se référant maintenant à la Figure 1, qui représente un diagramme donnant la relation entre la viscosité et la température pour un polyéthylène pur, on constate qu'à l'intervalle de viscosité compris entre 1500 et 2500 g.m correspond une température inférieure à environ 100°C. Etant donné l'intervalle de viscosité requis, compris entre 1500 et 2500 g.m, l'intervalle de température correspondant, pour le polyéthylène pur semble être compris entre environ 93,3°C et un maximum de 100,5°C, ce qui représente une fenêtre de 7,2°C.

La Figure 2 représente un diagramme donnant la relation viscosité-température d'un mélange comprenant un polymère tel que le polypropylène, et un élastomère, tel qu'un copolymère éthylène-propylène. En comparant la courbe du graphique de la Figure 1 avec la courbe du graphique de la Figure 2, on peut constater que le polypropylène, qui normalement présente une courbe de transition très forte, peut être, grâce à l'addition d'un élastomère du type copolymère éthylène-propylène, ramené à l'intervalle du polyéthylène. Il est évident que la courbure et la pente des courbes dans les Figures 1 et 2 sont identiques, excepté qu'il y a un décalage en température d'environ 80°C. Par conséquent, l'addition d'un élastomère du type copolymère d'éthylène-propylène possédant un paramètre de solubilité très proche de celui du polypropylène, comme indiqué dans le Tableau I, conduit au

H

redressement de la courbe de viscosité du polypropylène jusqu'à ce qu'elle soit similaire à celle du polyéthylène. Dans le mélange de polymères de la Figure 2, on a mélangé approximativement 30% en poids de polypropylène avec 70% d'un copolymère éthylène-propylène.

Cet élargissement de l'intervalle d'expansion, qui se traduit par l'aplatissement de la courbe de viscosité, est clairement représenté à la Figure 3. Dans cette Figure, divers mélanges de polyéthylène avec un élastomère du type polyisobutylène, ont été testés du point de vue viscosité dans les intervalles de température appropriés. La courbe A représente celle d'un produit contenant strictement 100% de polyéthylène et par conséquent aucun élastomère. On remarque que dans l'intervalle de 1500 à 2500 g.m, la pente de la courbe A de viscosité est très forte et ne couvre qu'une très petite fenêtre de température. La courbe B représente un mélange d'approximativement 93% de polyéthylène et d'approximativement 7% de polyisobutylène. En ce qui concerne le mélange représenté par la courbe C, on remarque que la transition de phase se situe dans un intervalle de températures inférieures et que cette courbe C de viscosité s'est considérablement aplatie au-dessus du niveau de la courbe A.

La fenêtre de températures pour les mélanges représentés par la courbe B est plusieurs fois plus large que celle correspondant aux mélanges de la courbe A. Par conséquent, l'addition d'une quantité aussi petite que 7% d'élastomère a un effet significatif sur la courbe viscosité-température du mélange résultant.

La courbe C représente un mélange d'approximativement 87.5% de polyéthylène et 12.5% de polyisobutylène comme élastomère.

R

On remarque que dans le même intervalle de température, la variation de viscosité indiquée par la courbe C est plus faible que celle de la courbe B, ce qui se traduit par une fenêtre de températures plus large pour former à partir du mélange des produits expansés avec succès.

La courbe D représente un mélange de 75% de polyéthylène et 25% de polyisobutylène. La courbe D représente une amélioration supplémentaire du point de vue inclinaison de la courbe viscosité-température par rapport à celle du mélange de la courbe C. La courbe E représente un mélange de 50% de polyéthylène et de 50% de polyisobutylène ayant une courbe viscosité-température quasiment plate, ce qui se traduit par une fenêtre de températures très étendue.

Ainsi, d'après le diagramme de la Figure 3, donnant les relations viscosité-température, on remarque que l'addition continue d'élastomère au polymère donne lieu à une extension de l'intervalle de température souhaitée pour expander l'élastomère. On a trouvé que dans le cas du polyéthylène, l'addition de quantités d'élastomère jusqu'à environ 25% conduisait à des produits finis expansés ayant les propriétés les plus appropriées. Lorsque l'on ajoute au polymère des quantités d'élastomère supérieures à environ 30%, on remarque que le produit obtenu ne peut garder sa forme expansée et a tendance à s'effondrer et à retrouver sa forme originale non expansée. Donc, la courbe D semble représenter le mélange ayant les proportions optima dans le cas du polyéthylène expansé.

Dans les mélanges de polyéthylène et de polyisobutylène cités ci-dessus, on a utilisé du polyéthylène disponible commercialement sous l'appellation "Rexene 102", (produit vendu par la Division Rexene de El Paso Pro-

✱

ducts Company à Paramus, New Jersey). On a utilisé du polyisobutylène disponible dans le commerce sous le nom de "Vistanex L-100" (produit vendu par Exxon Chemical Americas, Houston, Texas).

On se réfère maintenant à la Figure 4, dans laquelle les courbes viscosité-température représentent des mélanges de polypropylène et d'élastomère. Dans ces mélanges, on a utilisé un polypropylène disponible dans le commerce sous la marque PPI8S2A, (produit vendu par la Division Rexene de El Paso Products Company). On a utilisé comme élastomère un copolymère éthylène-propylène, disponible commercialement sous la marque "Vistalon", (produit vendu par Exxon Chemical Americas).

Les courbes de la Figure 4 illustrent l'effet de l'addition d'un élastomère au polypropylène pur. Par exemple, la courbe F représente la relation viscosité-température pour un polypropylène pur. La faible inclinaison par rapport à la verticale de la courbe de viscosité, dans l'intervalle de viscosités compris entre 1500 et 2500 g.m montre que le polypropylène possède une fenêtre de température extrêmement étroite pour réussir son expansion. La courbe G représente un mélange comprenant 90% de polypropylène avec 10% d'un élastomère, du type copolymère éthylène-propylène, et on y remarque une inclinaison plus prononcée par rapport à la verticale de la courbe de viscosité, ce qui se traduit par un élargissement de la fenêtre de températures pour l'expansion. La courbe H représente un mélange contenant 25% d'élastomère et on y remarque encore un élargissement de la fenêtre de températures et une inclinaison par rapport à la verticale encore plus prononcée de la courbe de viscosité. On observe les mêmes effets avec la courbe I, qui représente un mélange contenant 50% d'élastomère. Comme

ph

on l'a déjà mentionné précédemment au sujet du polyéthylène, la quantité optimum d'élastomère pour opérer le mélange avec du polypropylène semble être d'environ 30%.

Selon la présente invention, on a fabriqué un mélange contenant environ 75% de polyéthylène et environ 25% de polyisobutylène. Ce mélange a été extrudé en continu pour former des tuyaux d'isolation en mousse de polyéthylène à basse densité, ayant une structure à cellules fermées. On a formé des tubes flexibles ayant une paroi d'épaisseur approximative de 0,95 cm, qui sont adaptables sur des tuyaux ayant des diamètres compris entre 1,25 cm et 5,4 cm. L'intervalle de chauffage de ce produit varie entre -78,8°C et 98,8°C, et sa conductivité thermique était de 0,0346W/m°K à 23,9 °C. On a stabilisé le produit contre la dégradation par les rayons ultraviolets. De plus, il présente une bonne résistance vis-à-vis d'une large gamme de produits chimiques. Le produit avait une densité de 40kg/m³ et était très flexible. La perméabilité du produit était de 0,012perm/cm alors que les produits commerciaux à base d'élastomère expansé ont une perméabilité de 0,078 perm/cm. Le produit de l'invention présente donc une perméabilité de l'ordre du septième de celle d'un élastomère expansé pur.

Le procédé de la présente invention permet de fabriquer des produits particulièrement avantageux pour être utilisés comme isolant thermique de tuyaux de chauffage ou de réfrigération. On a comparé le produit de l'invention avec sept produits expansés disponibles commercialement, et on a constaté que ses propriétés étaient supérieures dans presque chaque cas. Par exemple, la densité des produits commerciaux se situe entre 64 et 136

3

kg/m³ avec une moyenne autour de 95 à 105 kg/m³. La densité du produit de l'invention est généralement comprise entre 32 et 40 kg/m³. De même, la perméabilité à la vapeur des produits commerciaux est comprise entre 0,02 et 0,08 perms/cm tandis que le produit de l'invention présente une perméabilité de seulement 0,012 pers/cm. De plus, la résistance chimique du produit de l'invention est supérieure à celle de tous les autres produits comparables.

La Figure 5 donne une représentation graphique des courbes viscosité-température des deux élastomères mentionnés aux Figures 3 et 4. La courbe J donne la relation viscosité-température pour du polyisobutylène pur. L'horizontalité de la courbe J indique que ce matériau à l'état pur est inacceptable pour être expansé à cause du manque de croissance rapide de la viscosité en fonction de la température.

Pour être approprié, un matériau doit avoir un accroissement de viscosité de l'ordre de 180 à 360 g.m/°C dans un intervalle de températures correspondant à une viscosité comprise entre 1500 et 2500 g.m. Tous les matériaux qui ont une vitesse plus faible de modification de viscosité en fonction de la température dans cet intervalle de viscosité vont s'effondrer après avoir été expansés. Par conséquent, le polyisobutylène ayant une relativement faible variation de viscosité par degré Celsius ne supportera pas une structure à cellules fermées. D'une manière analogue, la courbe K, qui se rapporte à un élastomère du type copolymère éthylène-propylène, est également très droite et très plate, ce qui indique que ce matériau à l'état pur ne sera pas non plus acceptable pour former un produit d'isolation expansé.

On a également trouvé qu'en fabriquant des tubes expansés selon le

procédé de l'invention, on pouvait ajouter un agent ignifugeant au mélange polymère-élastomère de manière à obtenir un produit expansé résistant au feu. Ainsi un mélange polyéthylène-polyisobutylène a été rendu auto-extinguible par addition d'un additif ignifugeant conventionnel, la flamme ayant été appliquée directement sur le produit expansé et ensuite retirée. L'action ignifugeante sur le produit fini a été mesurée selon la méthode ASTM-E84 et les résultats étaient moins de 25 pour l'extension de la flamme et moins de 50 pour la densité de fumées. Il n'y a pas eu de dégagement de fumées toxiques lorsque l'on a fait brûler le produit directement dans la flamme. En tant qu'agents ignifugeants, on peut citer le penta- et le déca-bromo-diphényloxyde.

La Figure 6 représente un diagramme schématique de l'équipement utilisé pour fabriquer les tubes expansés selon le procédé de l'invention. On déverse le matériau brut comme le polyéthylène, dans un granulateur 110 qui transforme le matériau pris soit sous forme solide, de poudre ou de flocons en granulés ou pastilles. On peut utiliser plusieurs granulateurs en fonction du nombre de composés à mélanger. A la Figure 6, le granulateur 110A est utilisé pour le polyéthylène tandis que le 110B est utilisé pour le polyisobutylène. Les granulateurs alimentent en matériaux adéquats une chaîne transporteuse 111 qui alimente le mélangeur 112 assurant un mélange pratiquement homogène du polymère, de l'élastomère, et de l'agent ignifugeant lorsqu'il est utilisé. Le mélange passe alors dans un tube transporteur 113 et dans la trémie d'alimentation 114 de l'extrudeuse 115. L'extrudeuse 115 fournit un travail mécanique au mélange homogène des granules de manière à porter la température à une valeur supérieure à celle de fusion du



mélange.

Un réservoir de stockage 116 contient de l'agent gonflant, par exemple du type Fréon. L'agent gonflant est amené par la conduite 117 à la pompe 118 au moyen de laquelle il est envoyé par la conduite 119 directement dans l'extrudeuse rotative dans laquelle il est dispersé dans le matériau pour y être gazéifié et former une structure à cellules formées dans le plastique fondu. La matière plastique expansée passe alors dans l'échangeur de chaleur 120 qui régularise la température à un niveau prédéterminé pour extruder le matériau expansé. L'échangeur de chaleur régularise la température du polymère liquide afin de le maintenir à une température constante. Le mélange fondu à température réglée passe ensuite, sous pression, dans une filière d'extrusion 121 qui extrude le matériau expansé en une forme tubulaire cylindrique 122. On refroidit cette forme dans un réservoir d'eau 123 qui est prolongé par un étireur 124 qui maintient une tension sur le produit 122 afin de maintenir un débit constant du matériau extrudé 122 à travers la filière 121. Après l'étireur 124, le matériau passe ensuite dans un dispositif de découpage 125 qui coupe les tubes refroidis en morceaux 126 de longueur prédéterminée, qui sont enlevés de la table 127 pour être envoyés (dispositif 128) ou stockés (dispositif 129).

Il faut noter que l'échangeur de chaleur 120 est du type à contre courant d'huile; il est capable de maintenir la température du mélange fondu à plus ou moins 0,5°C près. Ceci est très important pour maintenir exactement les qualités désirées du matériau final. L'utilisation de l'échangeur de chaleur permet également de réaliser le procédé avec du poly-

☆

propylène qui a une fenêtre de températures d'extrusion relativement étroite.

Les Figures 7 à 13 montrent diverses vues de produits finis sous forme de tube. A la Figure 7, on montre une seule longueur d'un tube 210 en polymère expansé, et de forme cylindrique, ayant un trou central 211, d'une longueur prédéterminée, rogné aux extrémités. Chaque extrémité 212 est coupée à 45° par rapport à l'axe longitudinal central de la section du tube. Les surfaces des extrémités 212 et 213 sont formées selon des directions parallèles, et un adhésif est appliqué sur chacune d'elles qui couvre presque l'entièreté de la surface. Au-dessus de la couche d'adhésif, on a placé une pellicule de recouvrement non-collant, comme du Mylar ou de la Cellophane, pour maintenir la couche d'adhésif jusqu'au moment où elle devra servir.

La Figure 8 représente une vue en coupe selon la ligne 8-8 du tube de la Figure 7. A la Figure 8, on peut voir une fente longitudinale 214 qui traverse la paroi du tube sur toute sa longueur; ceci permet de placer le tube autour de tuyaux de conditionnement d'air sans devoir déconnecter les tuyaux à chaque joint. De même que les extrémités 212 et 213 sont recouvertes d'une couche d'adhésif, les deux faces de la fente 214 sont également recouvertes d'adhésif et d'une pellicule protectrice .

La Figure 9 montre un joint bout-à-bout entre deux sections de tube 210 pour lesquelles on a enlevé les pellicules protectrices. On a joint les surfaces inclinées à 45° de manière à former un tube droit et continu.

La Figure 10 montre la façon de joindre les tubes de manière à former un angle droit. La Figure 11 indique encore une autre manière de

Handwritten mark

joindre deux tubes produits par le procédé de l'invention, l'extrémité 210A ayant été ici coupée droite, celle-ci étant jointe à l'extrémité 210 coupée à 45°.

Les Figures 12 et 13 montrent la façon de former un "T" avec les tubes de l'invention. Dans ce cas, une section standard de tuyau d'isolation 210 est appliquée sur deux sections modifiées 210B dont on a enlevé approximativement une moitié de la surface à 45°, comme indiqué par les lignes en pointillé 220. Chacune de ces sections 210B modifiées a encore de l'adhésif sur approximativement une demi-surface, qui, avec la surface 212 complètement recouverte d'adhésif, forme une connection en "T" très acceptable.

Bien que la présente invention ait été décrite à l'aide de modes d'exécution préférés, il est bien entendu qu'elle n'est pas limitée à ceux-ci et dès lors des modifications peuvent être apportées par l'homme de métier sans pour autant sortir du cadre de l'invention. Ainsi par exemple, d'autres polymères que le polyéthylène ou le polypropylène peuvent être utilisés pour l'expansion, comme le polystyrène ou le chlorure de polyvinyle, laissant au fabricant le soin de choisir des polymères ayant des paramètres de solubilité proches l'un de l'autre.

R E V E N D I C A T I O N S

- 1) Procédé pour former un article en polymère expansé flexible, imperméable et de faible densité, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes qui consistent à :
 - choisir un polymère fortement imperméable et ayant un paramètre de solubilité prédéterminé;

4

- mélanger ce polymère avec des particules d'élastomère ayant un paramètre de solubilité voisin de celui du polymère, ce mélange ayant une vitesse de variation de viscosité "Brabender" d'environ 180 à 360 g.m/°C à une température correspondant à une viscosité "Brabender" de ce mélange, lorsqu'il est fondu, d'environ 1500 à 2500 g.m;
 - soumettre ce mélange à des forces de cisaillement de manière à le fondre;
 - injecter dans ce mélange fondu un agent gonflant de faible toxicité, relativement ininflammable et ayant une température de changement de phase gaz-liquide prédéterminée;
 - permettre l'expansion de ce mélange fondu, en fonction de la gazéification de l'agent gonflant, à une température permettant d'obtenir la formation de cellules fermées dans un intervalle de viscosité compris entre 1500 et 2500 g.m; et
 - extruder et refroidir le mélange expansé en un produit fini désiré.
- 2) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on choisit le polymère dans le groupe comprenant le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, le chlorure de polyvinyle et le polytetrafluoroéthylène.
- 3) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2 caractérisé en ce que l'on choisit le polyéthylène comme polymère et le polyisobutylène comme élastomère.
- 4) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2 caractérisé en ce que l'on choisit le polypropylène comme polymère et un copolymère éthylène-propylène comme élastomère.
- 5) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que l'on mélange environ 70 à environ 95% en poids de polymère avec

environ 30 à environ 5% en poids d'élastomère.

- 6) Appareillage pour extruder un mélange polymère/élastomère expansé, caractérisé en ce qu'il comprend
 - des moyens pour mélanger les particules de polymère avec des particules d'élastomère;
 - des moyens pour extruder comprenant au moins une extrudeuse capable d'appliquer des forces de cisaillement au mélange de manière à le fondre et à l'homogénéiser;
 - des moyens pour transporter les particules du mélange vers les moyens d'extrusion;
 - un réservoir de stockage d'agent gonflant ainsi que des moyens d'alimentation reliés à l'extrudeuse pour injecter l'agent gonflant dans l'extrudeuse;
 - un échangeur de chaleur relié aux moyens d'extrusion, destiné à recevoir le mélange fondu et à régler la température du mélange;
 - une filière d'extrusion reliée à l'échangeur de chaleur pour extruder le mélange fondu et expansé à l'atmosphère, et
 - des moyens pour refroidir le mélange extrudé, ces derniers étant situés à proximité de la filière d'extrusion.
- 7) Appareillage selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'il comprend en plus des moyens pour étirer et des moyens pour découper le mélange extrudé, ceux-ci étant situés à proximité des moyens de refroidissement.
- 8) Appareillage selon la revendication 6, caractérisé en ce que les moyens d'extrusion comprennent une extrudeuse à vis.
- 9) Appareillage selon l'une quelconque des revendications 6 à 8 caractérisé

JP

en ce que la filière est une filière tubulaire pour extruder des tubes circulaires continus.

- 10) Tube isolant en matériau expansé, pour le placement autour de tubes ou de tuyaux, caractérisé en ce qu'il a une paroi d'épaisseur prédéterminée, une fente longitudinale découpée dans la paroi sur pratiquement toute la longueur du tube, les extrémités du tube étant découpées dans des plans parallèles formant des angles identiques par rapport à l'axe longitudinal du tube, notamment des angles de 45°.
- 11) Tube isolant selon la revendication 10, caractérisé en ce que au moins une des surfaces des extrémités, et/ou la fente longitudinale sont recouvertes d'une couche d'adhésif, recouverte éventuellement d'une pellicule protectrice.
- 12) Article isolant en matériau expansé pour le placement autour d'objets irréguliers, ayant une faible densité, des propriétés améliorées d'imperméabilité et de flexibilité, caractérisé en ce qu'il comprend
 - un polymère ayant des propriétés d'imperméabilité,
 - un élastomère mélangé avec ce polymère, possédant un paramètre de solubilité proche de celui du polymère,
 - éventuellement un agent ignifugeant mélangé avec le polymère et l'élastomère,
 - le mélange expansé formé par le polymère, l'élastomère et éventuellement l'agent ignifugeant ayant une structure à cellules fermées.
- 13) Article isolant selon la revendication 12 caractérisé en ce que le polymère est le polyéthylène et l'élastomère le polyisobutylène.
- 14) Article isolant selon la revendication 12 caractérisé en ce que le poly-

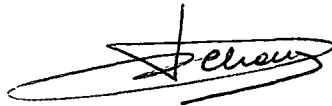
46

mère est le polypropylène et l'élastomère un copolymère éthylène-propylène.

15)Article isolant selon l'une quelconque des revendications 12 à 14 caractérisé en ce qu'il comprend d'environ 70 à environ 95% en poids de polymère, d'environ 30 à environ 5% en poids d'élastomère et un agent ignifugeant choisi dans le groupe comprenant l'oxyde de decabromodiphényle et l'oxyde de pentabromodiphényle.

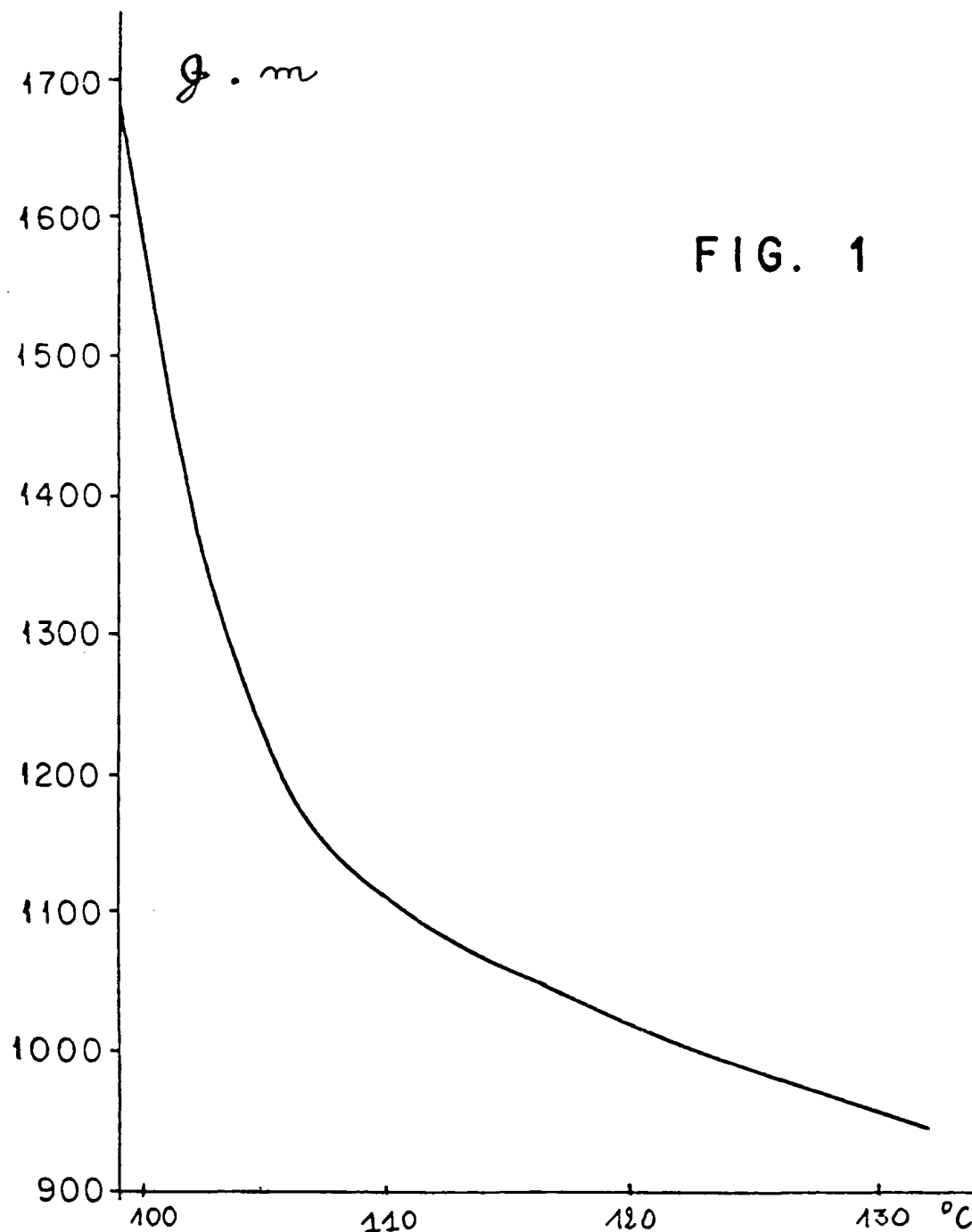
Bruxelles, le 24 juin 1983

Par Pon de la Société dite COSDEN TECHNOLOGY INC.



097127

COSDEN TECHNOLOGY INC.



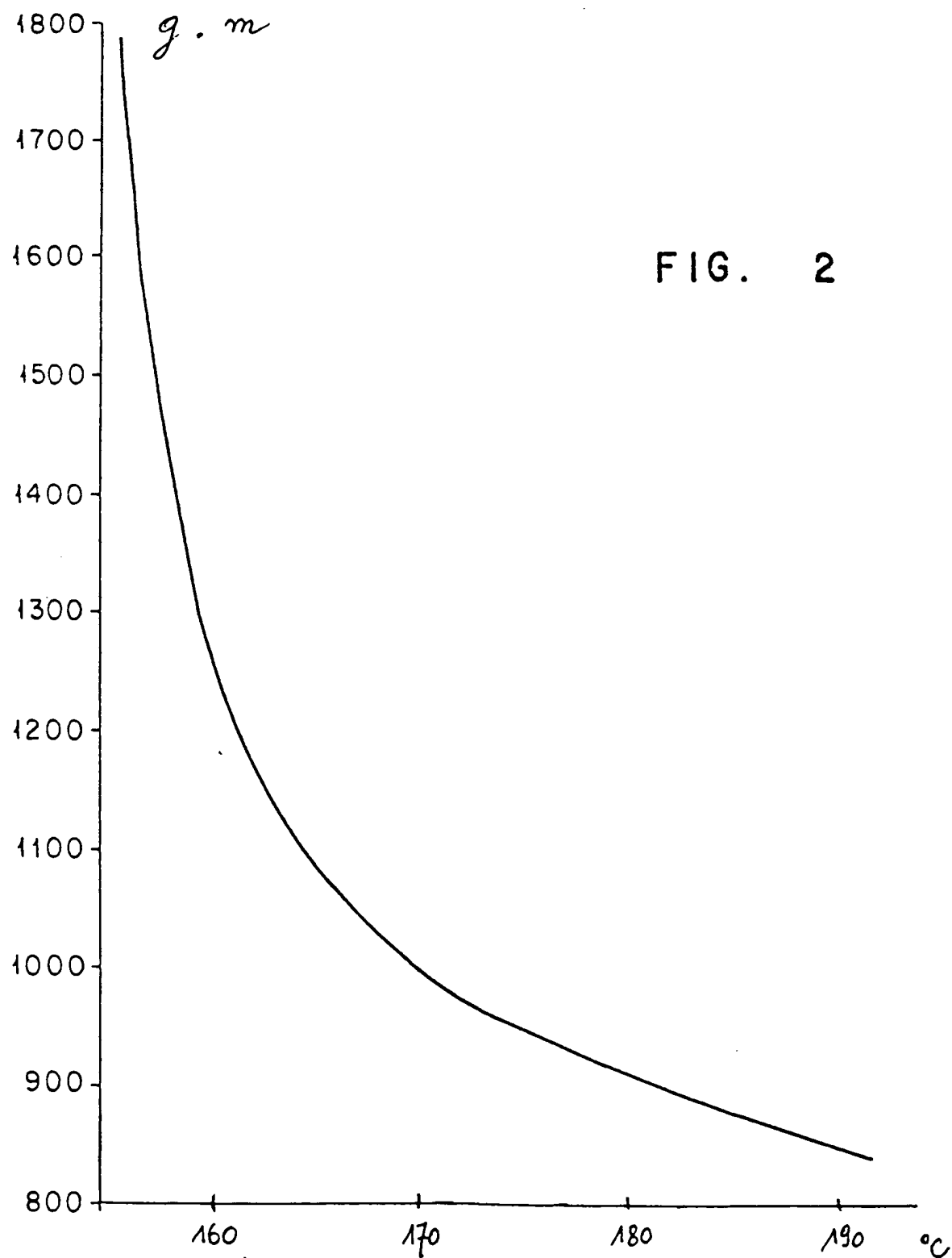
Bruxelles, le *22* juin 1983

Par Pon de la Société dite COSDEN TECHNOLOGY INC.

[Signature]

897127

COSDEN TECHNOLOGY INC.

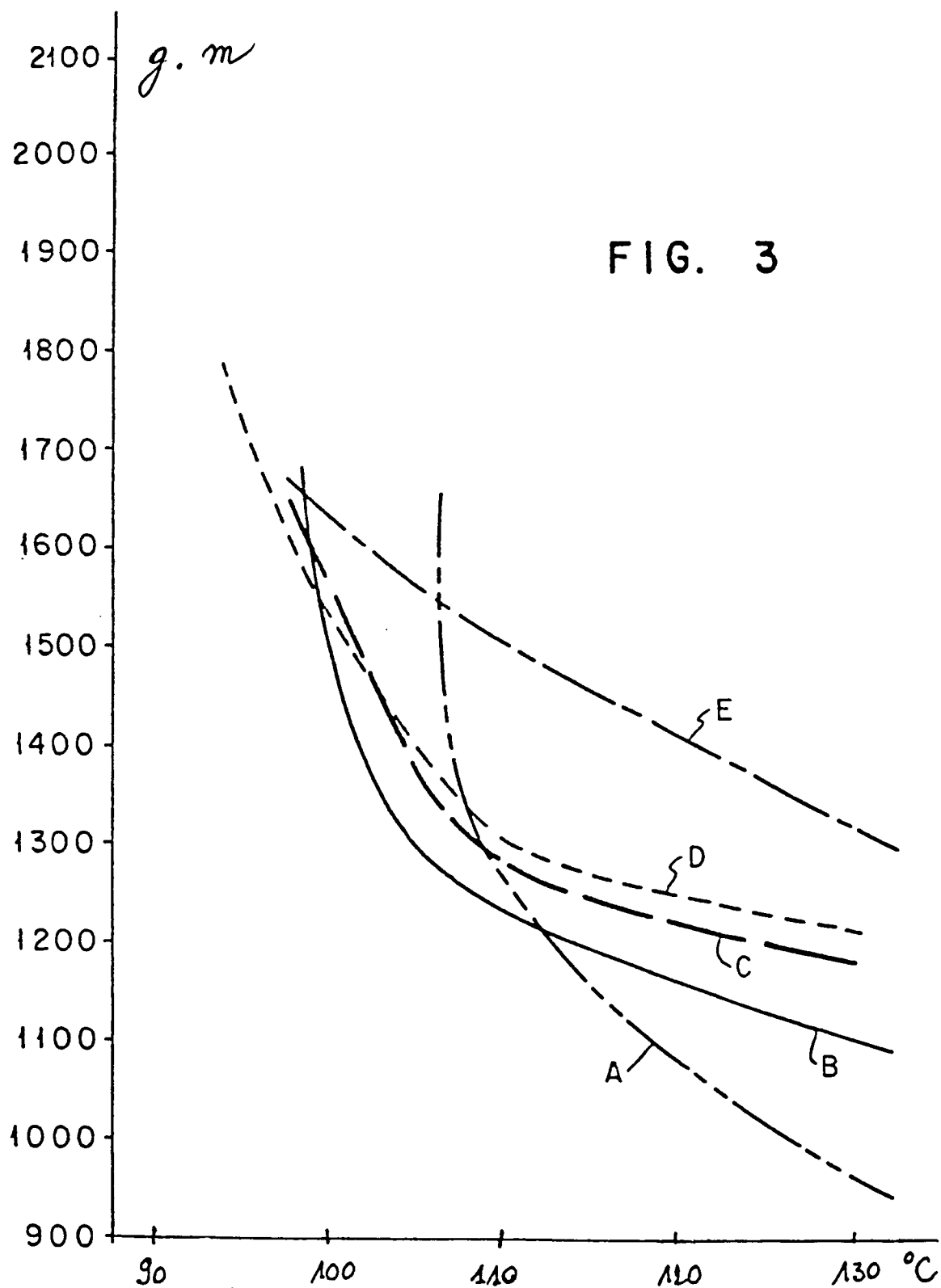


Bruxelles, le 24 juin 1983

Par Pon de la Société dite COSDEN TECHNOLOGY INC.

897127

COSDEN TECHNOLOGY INC.

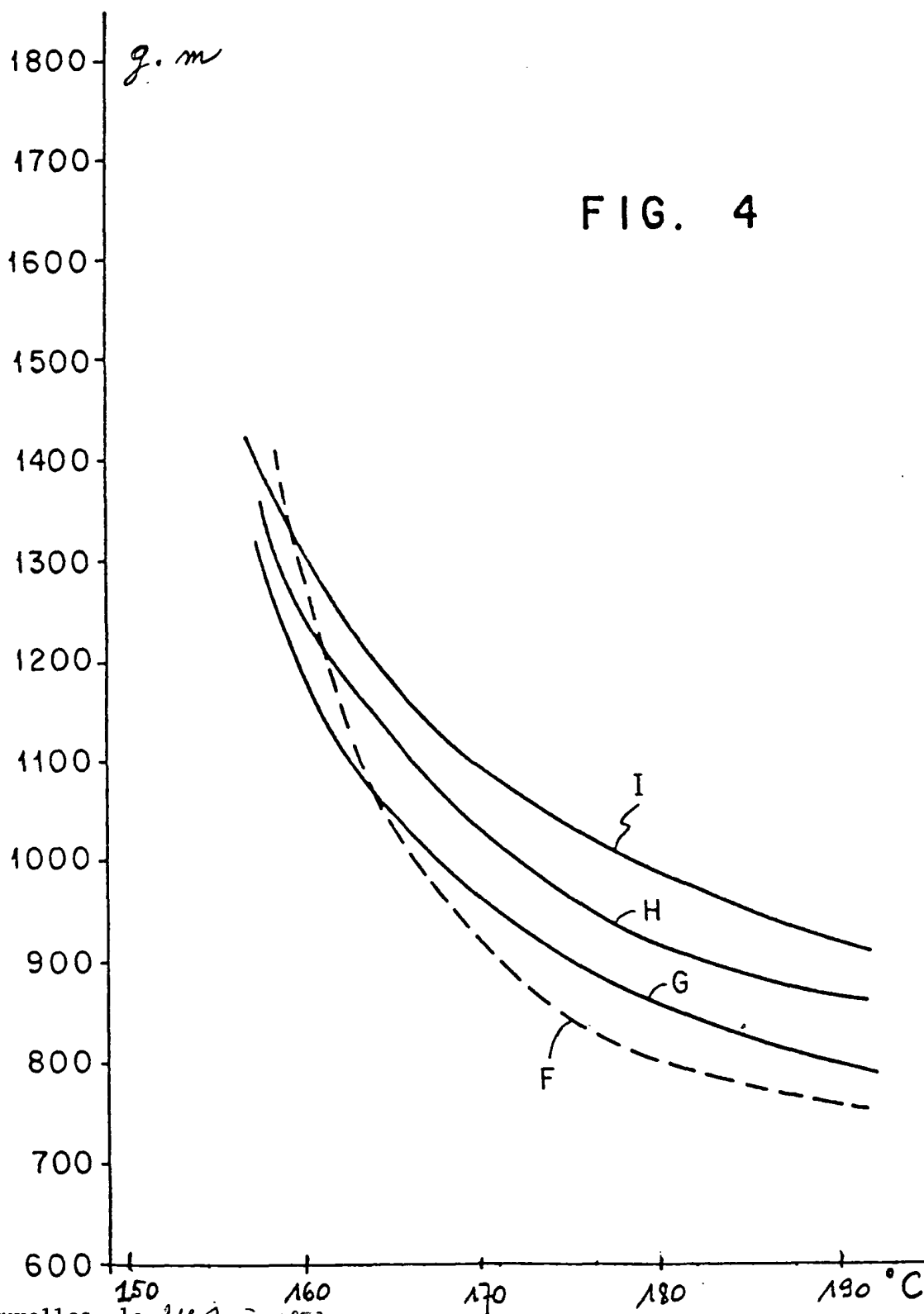


Bruxelles, le 24 juin 1983

Par Pon de la Société dite COSDEN TECHNOLOGY INC.

897127

CODSEN TECHNOLOGY INC.



Bruxelles, le 24 juin 1983

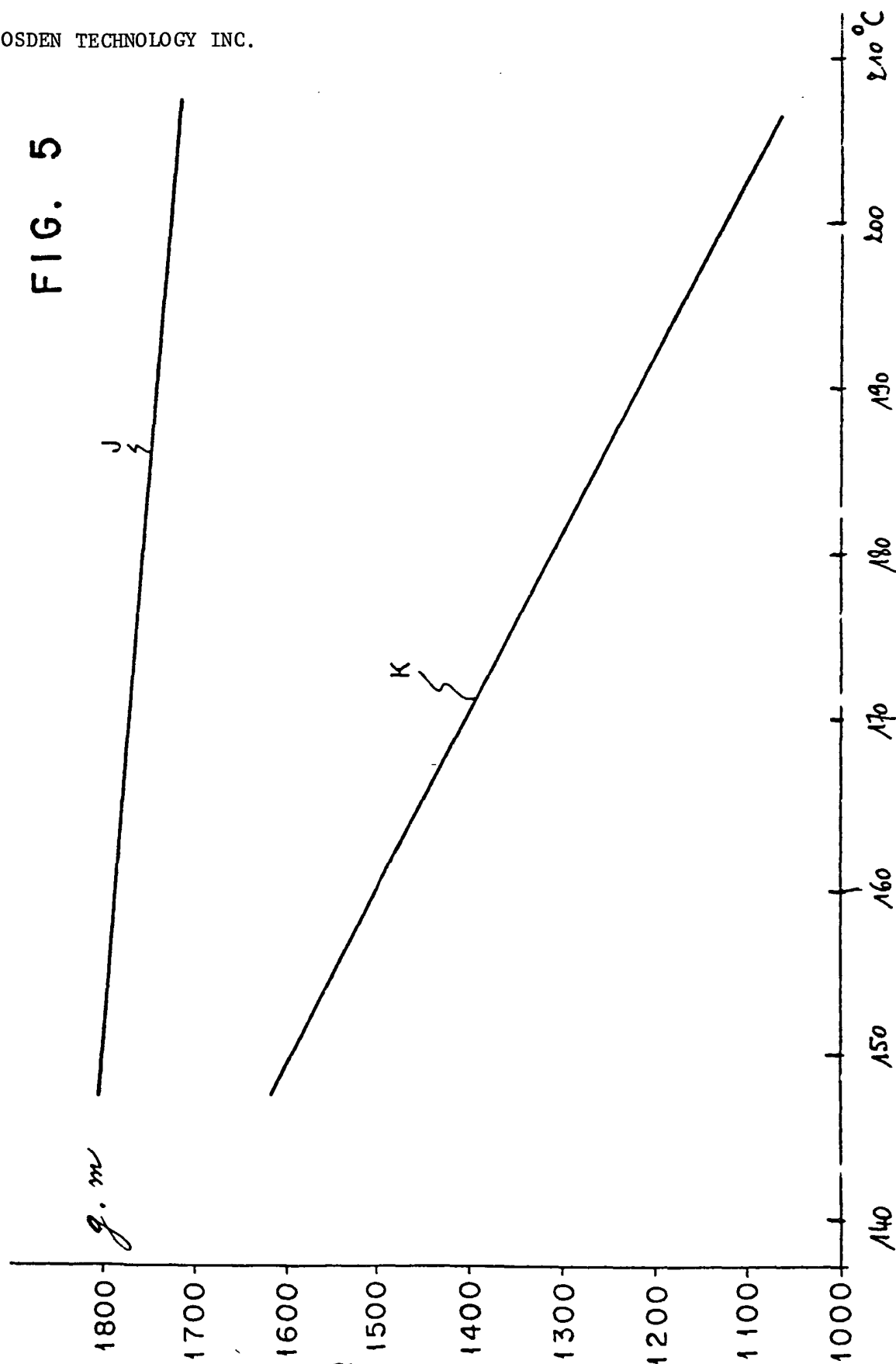
Par Pon de la Société dite CODSEN TECHNOLOGY INC.

[Signature]

097 127

CODSEN TECHNOLOGY INC.

FIG. 5



Bruxelles, le 24 juin 1983

Par Pon de la Société dite CODSEN TECHNOLOGY INC.

[Signature]

857 127

CODSEN TECHNOLOGY INC.

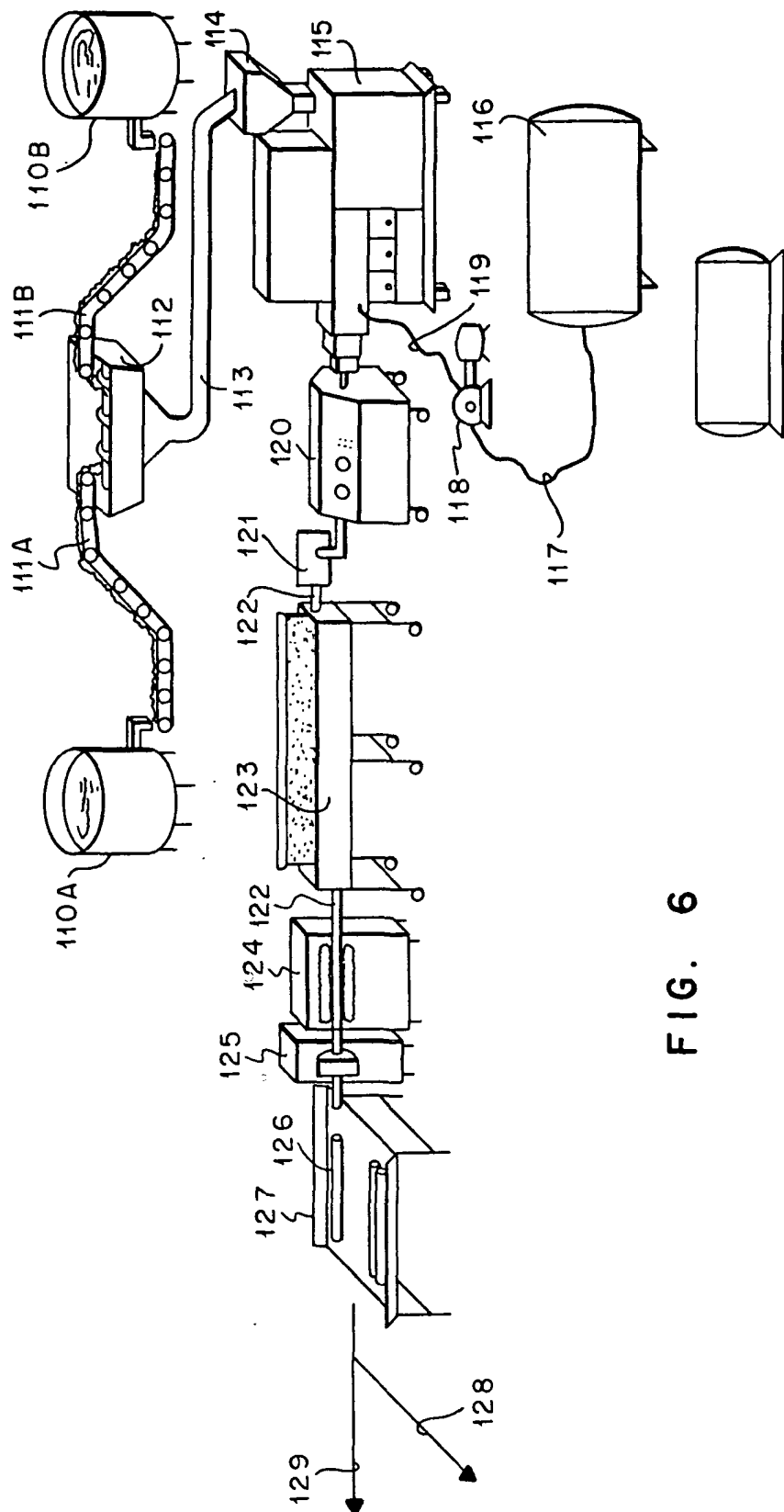


FIG. 6

Bruxelles, le 26 juin 1983

Par Pon de la Société dite CODSEN TECHNOLOGY INC.

[Signature]

897127

COSDEN TECHNOLOGY INC.

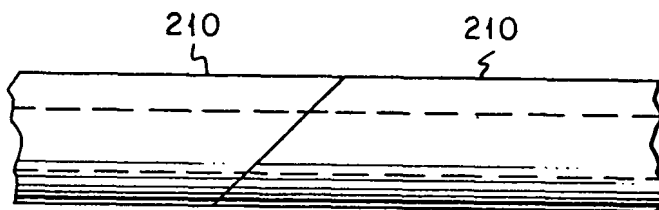
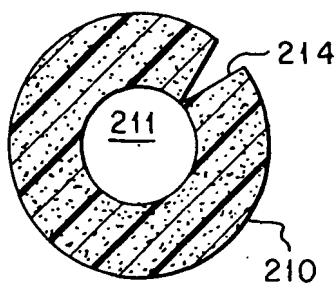
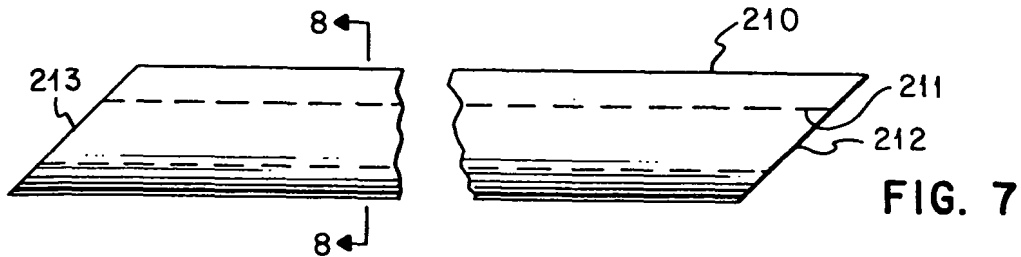
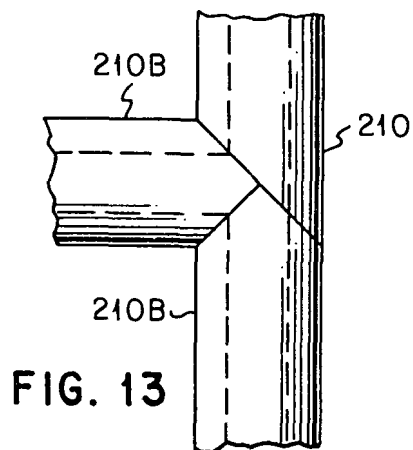
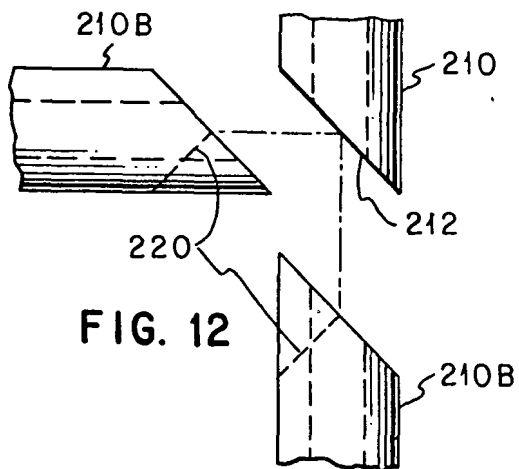
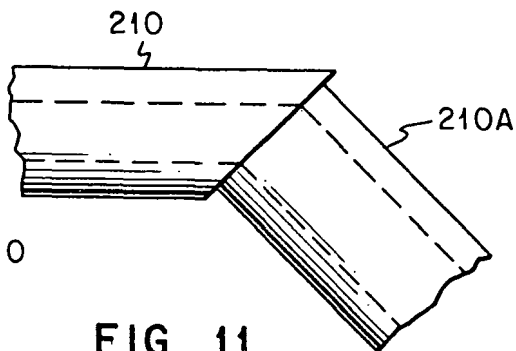
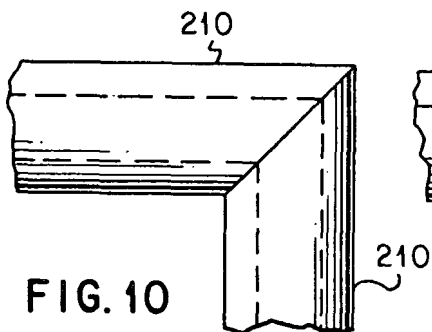


FIG. 8



Bruxelles, le 26 juin 1983

Par Pon de la Société dite COSDEN TECHNOLOGY INC.