ROYAUME DE BELGIQUE

MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

BREVET D'INVENTION

NUMERO DE PUBLICATION : 1004473A3

NUMERO DE DEPOT : 9000643

Classif. Internat.: C08L

Date de délivrance : 01 Décembre 1992

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d' invention, notamment l' article 22;

Vu l' arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d' invention, notamment l' article 28;

Vu le procès verbal dressé le 22 Juin 1990 à 11h20 à l' Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : SOLVAY (Société Anonyme) rue du Prince Albert 33, B-1050 BRUXELLES(BELGIQUE)

représenté(e)(s) par : BOUCHOMS Maurice, SOLVAY - Département Prop. Indus., Rue de Ransbeek, 310 - 1120 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE POUR COMPATIBILISER DES MELANGES COMPRENANT AU MOINS UNE RESINE A BASE DE CHLORURE DE VINYLE ET AU MOINS UNE RESINE A BASE D'OLEFINE(S).

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeur(s).

Bruxelles, le 01 Décembre 1992
PAR DELEGATION SPECIALE :

WUYTS L
Directeur

Procédé pour compatibiliser des mélanges comprenant au moins une résine à base de chlorure de vinyle et au moins une résine à base d'oléfine(s)

La présente invention concerne un procédé pour compatibiliser des mélanges comprenant au moins une résine à base de chlorure de vinyle et au moins une résine à base d'oléfine(s).

Pour des raisons d'économie et d'écologie, il est hautement souhaitable de pouvoir récupérer et recycler les déchets provenant de l'industrie des matières thermoplastiques.

Toutefois une des difficultés majeures rencontrées lors des tentatives de récupération et de recyclage de ces déchets provient du fait que ceux-ci ne sont pas constitués d'une seule matière thermoplastique mais d'un ensemble de matières thermoplastiques qui souvent sont incompatibles entre elles.

Ainsi par exemple, il est notoirement connu que les résines à base de chlorure de vinyle, prises dans un sens très large, sont incompatibles avec les résines à base d'oléfine(s). Or, ces deux types de résines sont très largement utilisés dans l'industrie des matières plastiques et se retrouvent donc, en des proportions très importantes, dans les déchets résultants de cette industrie.

Il a maintenant été constaté qu'il est possible de compatibiliser des déchets de résines à base de chlorure de vinyle et de résines à base d'oléfine(s) et de produire à partir de tels mélanges des articles tels que des feuilles présentant d'excellentes propriétés et une bonne transparence.

La présente invention concerne, dès lors, un procédé pour compatibiliser des mélanges comprenant au moins une résine à base de chlorure de vinyle et au moins une résine à base d'oléfine(s) qui se caractérise en ce que on réalise un mélange comprenant de 50 à 95 % en poids d'au moins une résine à base de chlorure de vinyle, de 1 à 20 % en poids d'au moins une résine à base d'oléfine(s), de 1 à 20 % en poids d'un copolymère d'éthylène et

d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle comprise entre 10 et 35 % et de 2 à 40 % en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle comprise entre 60 et 95 % et en ce qu'on procède ensuite à la mise en oeuvre du mélange ainsi réalisé.

Par résine à base de chlorure de vinyle, on entend désigner les homopolymères du chlorure de vinyle ainsi que les copolymères du chlorure de vinyle contenant au moins 70 % en poids d'unités dérivées de chlorure de vinyle, le ou les comonomère(s) utilisé(s) pour la production de ces derniers étant choisi(s) dans le groupe formé par les oléfines telles que l'éthylène, le propylène ou le styrène et les esters tels que l'acétate de vinyle et les acrylates et méthacrylates d'alkyle. En règle générale, la préférence est toutefois accordée aux résines à base d'homopolymères du chlorure de vinyle.

Par résine à base d'oléfine(s), on entend désigner les homopolymères des alpha-oléfines tels que le polypropylène ou le polyéthylène de basse ou de haute densité ainsi que les copolymères contenant au moins 70 % en poids d'unités dérivées d'alpha-oléfines. En règle générale, la préférence est toutefois accordée aux homopolymères de l'éthylène et, en particulier, au polyéthylène de basse densité (0,915 à 0,930).

Les meilleurs résultats sont atteints en incorporant dans le mélange de résine(s) à base de chlorure de vinyle et de résine(s) à base d'oléfine(s) de 1 à 10 % en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle comprise entre 20 et 30 % et de 10 à 30 % en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle comprise entre 65 et 85 %.

Le mélange de résine(s) à base de chlorure de vinyle et de résine(s) à base d'oléfine(s) peut encore contenir de petites proportions d'autres résines thermoplastiques telles que notamment le polystyrène ou des résines à base de chlorure de vinylidène. Ainsi, par exemple, il a été constaté que le mélange peut éventuellement contenir de 1 à 20 parties en poids de résines à base de chlorure de vinylidène (copolymères de chlorure

de vinylidène et de chlorure de vinyle ou d'esters acryliques ou méthacryliques).

L'incorporation au mélange des copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle peut avantageusement être réalisée par malaxage à chaud dans un appareillage conventionnel et la mise en oeuvre du mélange ainsi obtenu peut être exécutée dans des appareillages classiques tels que des presses, des extrudeuses ou des calandres.

Il est bien évident qu'il peut être avantageux d'incorporer des additifs usuels tels que des plastifiants, des stabilisants, des lubrifiants etc. dans le mélange avant sa mise en oeuvre.

Le procédé conforme à la présente invention est, en outre, illustré plus en détails dans les exemples de réalisation pratique qui suivent.

Exemple 1

Dans un malaxeur à chaud, on introduit :

- 68 parties en poids de polychlorure de vinyle stabilisé (indice K = 58) ;
- 4,5 parties en poids de polyéthylène basse densité ;
- 23 parties en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle de 65 % ;
- 4,5 parties en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle de 28 % ;

Après malaxage, le mélange obtenu est pressé pour obtenir une feuille dont on prélève un échantillon répertorié A.

Exemple 2R

A titre d'essai comparatif, on répète l'exemple 1 mais en introduisant uniquement le polychlorure de vinyle et le polyéthylène basse densité dans le malaxeur à chaud et, après pressage du mélange, on prélève un échantillon répertorié B de la feuille produite.

Exemple 3R

A titre d'essai comparatif, on repète l'exemple 1 mais en introduisant uniquement le polychlorure de vinyle, le polyéthylène basse densité et le copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle de 65 %.

L'échantillon prélevé de la feuille ensuite produite par pressage est répertorié C.

Exemple 4R

A titre d'essai comparatif, on répète l'exemple 1 mais en introduisant uniquement le polychlorure de vinyle, le polyèthylène basse densité et le copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de 28 %. L'échantillon prélevé de la feuille ensuite produite par pressage est répertorié D.

On soumet ensuite une coupe microtomique des échantillons A, B, C et D à un examen micrographique entre nicols croisés de façon à mettre en évidence les dimensions des particules de polyéthylène. On constate ainsi que les dimensions des particules observées dans l'échantillon A obtenu selon le procédé conforme à l'invention sont nettement inférieures à celles des échantillons B, C et D qui sont exclus du cadre de l'invention. En fait, l'échantillon B contient des particules de dimensions plus élevées que celles des échantillons A, C et D mais la dispersion et la réduction maxima des particules est observée sur l'échantillon A.

On soumet, en outre, les divers échantillons à un essai de résilience en traction à 23°C (éprouvettes non entaillées, énergie du pendule 75 kg/cm). Le tableau ci après reprend les résultats moyens calculés sur 5 éprouvettes.

échantillon	résilience en traction (kJ/m^2)
A	107
B	26
C	46
D	33

Le tableau montre que le produit obtenu selon le procédé de l'invention présente une résilience en traction nettement supérieure.

Exemple 5

Dans un malaxeur à chaud, on introduit 100 parties en poids de déchets de feuilles de polychlorure de vinyle doublées d'une pellicule de polyéthylène basse densité à l'intervention d'un adhésif constitué par un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle à 28 % d'acétate de vinyle, 3 parties en poids d'un stabilisant à l'étain et 30 parties en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle de 68 % (vendu par Farbenfabriek Bayer sous la dénomination : BAYMOD KL3-2418) de façon telle que la composition malaxée contient 68,5 % en poids de polychlorure de vinyle stabilisé, 4,3 % en poids de polyéthylène basse densité, 4,7 % en poids de copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle de 28 % et 22,5 en poids de copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle de 68 %.

La composition malaxée est ensuite pressée pour produire une feuille qui se caractérise par une transparence remarquable (gain en absorbance de 47 % par rapport à une feuille produite à partir d'une composition similaire mais dans laquelle on a remplacé le copolymère à forte teneur en acétate de vinyle par une quantité équivalente de polychlorure de vinyle).

En outre, la résilience en traction du produit obtenu est de 159 kJ/m^2.

A titre de comparaison, la résilience en traction d'une feuille produite uniquement à partir des déchets de feuille et donc sans incorporation de copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle à forte teneur en acétate de vinyle s'élève seulement à 84 kJ/m^2.

Exemple 6

Dans un malaxeur à chaud on introduit :

- 100 parties en poids de chutes de feuilles composites comprenant successivement :
  - une couche de polychlorure de vinyle ;
  - une couche de polychlorure de vinylidène ;
  - une couche de polychlorure de vinyle ;

- une pellicule d'adhésif constitué par un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle de 28 % ;
- une couche de polyéthylène ;
- 20 parties en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle de 65 % ;
- 1 partie en poids d'un stabilisant de polychlorure de vinylidène de façon telle que la composition malaxée contient 68,5 % en poids de polychlorure de vinyle, 7,5 % en poids de polychlorure de vinylidène stabilisé, 7,5 % en poids de polyéthylène, 2 % en poids de copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle à faible teneur en acétate de vinyle et 16,5 % en poids de copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle à forte teneur en acétate de vinyle.

La composition malaxée est ensuite pressée pour produire une feuille qui se caractérise par une transparence remarquable.

En outre, la résilience en traction du produit obtenu est de 195 kJ/m^2.

A titre de comparaison, la résilience en traction d'une feuille produite uniquement à partir des déchets de feuilles et donc sans incorporation de copolymère d'éthylène à forte teneur en acétate de vinyle s'élève seulement à 70 kJ/m^2.

REVENDICATIONS

1 - Procédé pour compatibiliser des mélanges comprenant au moins une résine à base de chlorure de vinyle et au moins une résine à base d'oléfine(s) caractérisé en ce que on réalise un mélange comprenant de 50 à 95 % en poids d'au moins une résine à base de chlorure de vinyle, de 1 à 20 % en poids d'au moins une résine à base d'oléfine(s), de 1 à 20 % en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle comprise entre 10 et 35 % et de 2 à 40 % en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle comprise entre 60 et 95 % et en ce qu'on procède ensuite à la mise en oeuvre du mélange ainsi réalisé.

2 - Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le mélange contient en outre de 1 à 20 % en poids de résines à base de chlorure de vinylidène.

3 - Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce le mélange contient de 1 à 10 % en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle comprise entre 20 et 30 % et de 10 à 30 % en poids d'un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle ayant une teneur en acétate de vinyle comprise entre 65 et 85 %.

4 - Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la résine à base de chlorure de vinyle est du polychlorure de vinyle.

5 - Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la résine à base d'oléfine(s) est un homopolymère de l'éthylène.

6 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que les copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle sont incorporés dans le mélange par malaxage à chaud.

Numero de la demande nationale

Office européen des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE

établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2 de la loi belge sur les brevets d'invention du 28 mars 1984

BE 9000643
BO 2388

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
X	DATABASE WPI, no. 73-47676U, Derwent Publications Ltd., London, GB; & JP-B-51 047 180 (JAPAN STEEL WORKS LTD.) 14-12-1976 * Résumé *	1, 3-6	C08L27/06 //(C08L27/06, 23:02,23:08, 29:06)
X	BE-A-654248 (DYNAMIT NOBEL AKTIENGESELLSCHAFT) * revendications *	1, 3-6	
A	Journal of Vinyl Technology vol. 2, no. 4, décembre 1980, pages 218 - 221; P. Bataille et al.: "Polymer Reprocessing: Properties of Polyethylene-Polyvinyl Chloride mixtures" * page 219, colonne de gauche, ligne 10 - colonne de droite, ligne 6 *	1	

DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)

C08L

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
LA HAYE 06 MARS 1991	DE LOS ARCOS Y E.

CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES

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 antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons

& : membre de la même famille, document correspondant

1

EPO FORM 1503 03.82 (P0448)

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.

BE 9000643
BO 2388

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets. 06/03/91

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
BE-A-654248	01-02-65	DE-B- 1208883	
		FR-A- 1410879	
		GB-A- 1027665	
		OA-A- 1415	04-07-69
		US-A- 3457330	22-07-69