

N° 651.286



Classification Internationale:

Brevet mis en facture le:

16-11-1964

MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES
ET DE L'ÉNERGIE**BREVET DE PERFECTIONNEMENT**

Le Ministre des Affaires Economiques et de l'Energie,

*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 31 juillet 1964 à 15 h. 30*

au Service de la Propriété industrielle;

ARRÊTE:

Article 1. — Il est délivré à la Sté dite: WESTERN ELECTRIC COMPANY INCORPORATED,

195 Broadway, New-York 7, N.Y. (Etats-Unis d'Amérique)

repr. par les Bureaux Vander Laeghen à Bruxelles,

un brevet de perfectionnement pour Procédé de fabrication de polymères dilatés,

breveté en sa faveur le 6 avril 1964 sous le n° 646.188;
perfectionnement qu'elle déclare avoir fait l'objet d'une
demande de brevet déposée aux Etats-Unis d'Amérique le 7
août 1963 au nom de Mr R.H.Hansen dont elle est l'ayant
droit.

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 demeure 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 14 août 1964

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE:

Le Directeur Général,

J. HAMELS.

651286

R.H. HANSEN 3--(OEA)

B.37.444

AMPH.--

DESCRIPTION

jointe à une demande de

BREVET BELGE

déposée par la société dite :

WESTERN ELECTRIC COMPANY INCORPORATED

ayant pour objet : " PROCÉDE DE FABRICATION DE POLYMERES DILATES "

Qualification proposée : BREVET DE PERFECTIONNEMENT AU BREVET BELGE
DEPOSE LE 6 AVRIL 1964 SOUS LE N° 518.770.

Priorité d'une demande de brevet déposée aux Etats-Unis d'Amérique
le 7 août 1963 sous le n° 300.583, au nom de Ralph Holm HANSEN.

651286

B.37.444

dK/MH

La présente invention est relative à des procédés de préparation de polymères expansés et aux compositions polymères ainsi produites et est une modification de l'invention décrite et revendiquée dans la demande de brevet belge n° 518.770 du 6 avril 1964. Cette demande de brevet décrit un procédé pour préparer la matière thermoplastique cellulaire en mélangeant la matière thermoplastique avec un produit discontinu en particules et en chauffant le mélange à une température en excès par rapport à son point de ramollissement, sous la pression d'un gaz soluble dans la matière thermoplastique, le gaz saturant en principe la matière thermoplastique. Des centres de chaleur ou points chauds se forment dans la matière thermoplastique aux endroits des particules lors de l'extrusion de la matière dans une zone de basse pression, ce qui fait que le gaz en quittant la solution s'assemble en noyaux aux endroits des particules. Le produit en particules peut être un réactif chimique qui se décompose exothermiquement par chauffage approprié, formant ainsi les centres de chaleur. Ou bien, le produit en particules peut être du noir de carbone que l'on irradie à la lumière pour former les centres de chaleur.

La présente invention concerne un procédé de préparation d'une matière thermoplastique cellulaire comprenant les étapes suivantes : chauffage au-dessus de son point de ramollissement de la matière thermoplastique, mélangée à un produit discontinu en particules, sous la pression d'un gaz soluble

dans la matière thermoplastique et la saturant en principe, extrusion de la composition résultante dans une zone de basse pression dans des conditions telles que la matière thermoplastique est sursaturée par rapport au gaz, le produit discontinu en particules présentant une conductibilité thermique de l'ordre de 0,001 à 1,0 (cal)(cm)/(sec)(cm²)(°C) et une chaleur spécifique de l'ordre de 0,003 à 0,3 cal/g, le gaz en quittant la solution s'assemblant en noyaux aux endroits du produit en particules.

Les centres de nucléation décrits dans le présent mémoire présentent une conductibilité thermique plus grande que la chaleur spécifique mais moindre que celle de la matière thermoplastique et sont insolubles dans celle-ci. Ces centres de nucléation agissent comme sources de l'énergie thermique requise pour le processus de désorption et dans une forme d'exécution de l'invention, les centres de chaleur résultent de particules métalliques introduites dans la matière thermoplastique soit sous forme élémentaire soit sous forme d'un composé capable de libérer le métal élémentaire, par exemple, par décomposition due à l'application d'énergie, notamment l'énergie thermique ou l'énergie mécanique. Le second type de centre de nucléation résulte de l'introduction dans la matière thermoplastique d'un alliage finement divisé.

Dans une forme d'exécution spécifique, la présente invention vise une technique d'extrusion de compositions du type décrit autour d'un fil conducteur.

La présente invention sera mieux comprise à l'aide de la description détaillée suivante, en se référant au dessin ci-annexé dans lequel :

- la figure 1 est une vue en coupe d'une extrudeuse convenant pour la réalisation pratique de la présente invention; et

5 - la figure 2 est une vue en coupe d'une filière à tête d'équerre pour guiper des fils, utilisée lors de l'extrusion de polymères expansés autour d'un fil conducteur.

10 En se référant plus particulièrement à la figure 1, on y voit une extrudeuse 11 à vis d'avancement 12 montée en pouvant tourner dans un cylindre 13 chauffé au moyens d'éléments chauffants 14 à résistances électriques. Le cylindre de l'extrudeuse est équipé d'une trémie d'alimentation 15 située tangentielllement, comportant un orifice d'amenée ou d'alimentation 16 situé à sa base, une entrée ou admission 17 pour l'introduction de gaz dans l'extrudeuse, des thermocouples 18, 15 un manomètre 19 et une filière 20. La filière de l'extrudeuse est équipée d'une plaque à écran 21 qui est placée entre l'extrémité de la vis 12 et la filière 20 pour aider à établir un gradient de pression le long de la vis. La vis de l'extrudeuse peut être entraînée par n'importe quel moyen approprié, par 20 exemple, un moteur électrique non représenté.

25 Dans la mise en oeuvre du procédé pour préparer des compositions polymères cellulaires, le polymère mélangé à un produit discontinu en particules, constitué par un métal élémentaire ou par un composé capable de se décomposer pour libérer un métal élémentaire ou par un alliage, présentant une conductibilité thermique plus grande que la chaleur spécifique mais plus petite que celle de la matière thermoplastique, est amené dans l'extrudeuse par la trémie 15 et par l'orifice d'alimentation 16. La vis 12 mue par un moyen approprié prend le 30 mélange de polymère et du produit en particules à partir de

651286

l'orifice d'alimentation et l'entraîne à travers le cylindre 13 lequel est chauffé au moyen d'éléments chauffants 14 à résistances électriques. Pendant ce temps, le mélange est poussé en contact intime avec les parois du cylindre en glissant le long d'elles et est aussi cisailé et travaillé, ce qui produit des effets de frottement. Les effets combinés du cylindre chauffé et de la chaleur due à la friction interne dans la matière amènent la masse thermoplastique à fondre pendant le temps où elle a parcouru environ un quart de la longueur du cylindre de l'extrudeuse, assurant ainsi qu'elle peut être poussée à travers le resserrement vers la filière de l'extrudeuse où elle reçoit la forme voulue.

Le mélange fondu parcourt le cylindre 13 et entre dans une zone à basse pression au voisinage de l'entrée de gaz 17, où un gaz choisi est admis sous pression dans le système. On remarquera que la basse pression à laquelle on a fait allusion n'est pas une exigence de la technique suivant la présente invention mais n'est qu'un moyen commode pour introduire un gaz. Comme le mélange fondu poursuit son trajet à travers le cylindre 13 en direction de la plaque à écran 21, le gaz admis entre dans la solution. La solution fondue de gaz dans la matière thermoplastique contenant une dispersion de produit en particules passe ensuite d'une zone à haute pression dans une zone à basse pression au moment où elle sort de la filière. La nucléation ou l'ensemencement de la solution à présent sursaturée de gaz dans le polymère est réalisé aux endroits où le produit discontinu en particules a des propriétés telles que ces endroits fonctionnent comme sources d'énergie thermique et facilitent la désorption endothermique initiale du gaz dissous avec formation concomitante de plusieurs interfaces internes

651286

gaz-liquide, c'est-à-dire de bulles. Le restant du gaz dissous diffuse rapidement vers les surfaces internes et externes où il se dégage de la solution.

5 Comme on l'a fait remarquer, il est hautement souhaitable d'aboutir à une distribution uniforme de petites cellules pour atteindre le degré d'efficacité voulu. La dimension finale des cellules dépend en premier lieu de la quantité de gaz dissous et du nombre de bulles assemblées en noyaux, outre la compétition qui s'établit concernant le gaz dissous entre les surfaces
10 internes créées par les bulles assemblées en noyaux et la surface externe de l'objet soumis à expansion. Dans la situation décrite, de nombreuses bulles sont amorcées par la matière discontinue en particules dans l'extrudat et le rapport de l'aire de surface interne totale à l'aire de surface externe
15 est plus grand et donc plus favorable à la rétention et à l'utilisation du gaz dissous. L'existence d'une telle aire de surface favorable a pour résultat une efficacité plus grande car une quantité de gaz proportionnellement plus grande se sépare de la phase liquide par diffusion vers les surfaces des
20 bulles et la quantité de gaz perdu par diffusion vers la surface externe est donc plus petite.

La matière discontinue en particules utilisée dans la pratique de la présente invention est insoluble dans le polymère et présente des conductibilités thermiques de l'ordre de
25 0,01 à 1,0 (cal)(cm)/(sec)(cm²)(°C) et des chaleurs spécifiques de l'ordre de 0,03 à 0,3 cal/g, respectivement. Les éléments typiques utilisés dans ce cas sont des métaux tels que le plomb, l'argent, le zinc, l'étain, le mercure, l'aluminium, le cuivre, le palladium, le bismuth, etc... Des alliages typiques sont le
30 métal de Wood, le permalloy au molybdène etc... ou bien, il

peut être souhaitable dans certains cas choisis d'utiliser un composé métallique qui se décompose pour libérer un métal à l'état élémentaire. Les matériaux typiques convenant dans ce cas sont certains acétates, halogénures, oxalates de métaux etc...

5

Dans tous les cas étudiés, on a déterminé qu'une nucléation supérieure des gaz injectés a lieu quand on maintient une matière discontinue en particules telle qu'un métal ou un alliage, à une température supérieure à son point de fusion. La nucléation du gaz dissous à l'aide de la matière discontinue en particules, qu'elle soit liquide ou solide, permet de rendre l'opération indépendante de la température, avantage important du point de vue technique.

10

Bien que la grosseur des particules de la matière en particules ne soit pas considérée comme critique, la préférence va en général aux particules fines. Il s'est révélé qu'une matière plus fine que 177 microns, contenant des particules de l'ordre de moins de 0,01 micron à plus de 80 microns en moyenne, est satisfaisante.

15

La matière en particules est généralement utilisée à raison de 0,005 à 10% par rapport au poids du polymère, une quantité préférée étant d'environ 0,1 à 3,5%. L'utilisation de quantités appréciablement moindres que le minimum susdit produit un degré de nucléation moins satisfaisant, tandis que l'utilisation de quantités appréciablement au-delà du maximum susdit tend à dégrader les propriétés diélectriques et est considérée comme moins pratique.

20

25

Le polymère convenant pour la présente invention peut être n'importe quel polymère ou mélange de polymères normalement solide, obtenu par polymérisation ou par copolymérisation

30

5 d'oléfines aliphatiques telles que l'éthylène, le propylène ou des mélanges de ces composés, des oléfines aliphatiques halogénées, telles que le chlorure de vinyle, des hydrocarbures aromatiques insaturés tels que le styrène, des esters insaturés tels que le méthacrylate de méthyle etc...

10 Le gaz qui est utilisé dans la pratique de l'invention doit être soluble dans le polymère soumis à expansion, dans les conditions de température et de pression à l'intérieur de l'appareillage utilisé dans le procédé, doit être moins soluble dans le polymère après qu'il a quitté l'appareillage et doit être capable de diffuser vers les surfaces des bulles à une vitesse qui est compatible avec la production de bulles par nucléation. Tous les gaz ordinaires remplissent ces conditions. Les gaz appropriés à cet fin, sont l'argon, l'azote, l'hélium, 15 l'air, l'anhydride carbonique etc... Le gaz ainsi utilisé est mélangé sous une pression de l'ordre de 35,16 à 175,78 kg/cm² dans des conditions telles que la matière thermoplastique fondue est saturée en principe.

20 On donnera maintenant un aperçu général des procédés décrits et des ordres de grandeur des paramètres opératoires utilisés dans le présent mémoire.

25 Dans la pratique de la présente invention, on obtient une dispersion de matière en particules dans le polymère en chargeant les ingrédients dans un appareil mélangeur approprié tel qu'un mélangeur de peinture etc... et on les mélange soigneusement pendant plusieurs minutes. Après avoir obtenu une dispersion ou un mélange complet, on introduit directement la composition dans la trémie d'alimentation d'une extrudeuse, par exemple du type représenté à la figure 1.

651286

Ensuite, on charge la composition dans le cylindre de l'extrudeuse qui a été préchauffée à une température légèrement supérieure au point de ramollissement du polymère, typiquement à une température de 100 à 150°C pour une polyoléfine telle que le polyéthylène, le polymère étant travaillé complètement et déplacé le long du cylindre au moyen de la vis de l'extrudeuse. Les températures peuvent varier depuis le point de ramollissement jusqu'à la température de décomposition du polymère ce qui permet une grande latitude dans le choix des conditions opératoires. Par ailleurs, le procédé est indépendant du temps de séjour et les considérations pratiques dictent le choix.

Après avoir parcouru environ 1/4 de la longueur du cylindre 13, le mélange devient fondu. Le mélange fondu continue d'avancer dans le cylindre et quand il approche de l'orifice 17, un gaz approprié, soluble dans le polymère est admis sous pression. Le mélange avance ensuite vers la plaque à écran qui restreint son écoulement et crée une contre-pression laquelle est typiquement de l'ordre de 70,31 à 421,86 kg/cm² empêchant ainsi l'expansion du gaz injecté.

Quand la composition passe à travers la plaque à écran, elle est dirigée vers une section de moulage comprenant une filière et passe ensuite par un orifice dans une zone de pression réduite, d'habitude à la pression atmosphérique, dans laquelle a lieu la dissolution du gaz dissous et l'expansion du polymère.

Dans certaines applications, il est commode de disposer le corps de la filière et la filière de l'extrudeuse de façon telle que le produit extrudé quitte l'extrudeuse et soit enlevé dans une direction perpendiculaire à l'axe de la vis. Ce type de filière est connu sous le nom de tête d'équerre et

651286

est utilisé dans les procédés dans lesquels on désire introduire un filament continu dans la filière comme dans le cas d'un fil conducteur.

La figure 2 est une vue en coupe d'une tête d'équerre typiquement utilisée dans ce genre d'applications pour le guidage ou gainage des fils. Dans cette figure est représenté un ensemble formant plaque à écran 21, un fil 22, un guide-fil 23 et un mandrin pour le guide-fil 24. Dans ce type d'appareil, la matière thermoplastique fondue est poussée à travers l'ensemble formant plaque à écran et est conduite vers le mandrin du guide-fil ou le point 24 lequel est formé de façon telle que la composition s'écoule sur les côtés du mandrin et se rejoint du côté éloigné du point d'amenée. L'anneau complet de matière s'écoule ensuite vers l'orifice de la filière et rencontre finalement le fil. Ainsi, un tube de matière plastique est déposé sur le fil qui se déplace continuellement à travers la tête d'équerre et agit comme un mandrin de moulage ou de formage interne.

Les exemples suivants illustreront mieux la technique décrite.

EXEMPLE I.

(a) 1.000 grammes de granules de polyéthylène ayant un poids spécifique de 0,92 g/cm³ à 20°C et un indice de fusion de 0,2 à 0,4 à 190°C et 10 g de poudre de plomb dont les particules ont une dimension moyenne d'environ 5 à 10 microns, sont introduits dans un mélangeur de peinture et mélangés complètement. Le mélange résultant est ensuite chargé dans la trémie d'une extrudeuse à vis du type représenté à la figure 1, le cylindre ayant été préchauffé à une température de l'ordre de 210°C près de la trémie à 250°C près de l'orifice d'entrée du

gaz à environ 260°C près de la plaque à écran, tandis qu'on y fait passer de l'argon sous une pression de 56,25 kg/cm². La plaque à écran située à la sortie du cylindre de l'extrudeuse sert à réduire l'écoulement de la solution fondue d'argon dans le polyéthylène, créant ainsi une contre-pression d'environ 168,74 kg/cm². Après cela, le polyéthylène fondu passe à travers la tête et la filière de l'extrudeuse et débouche par un orifice dans l'atmosphère dans laquelle il est expansé pour former une masse cellulaire. Le polyéthylène résultant présente une distribution uniforme de petites cellules dont le diamètre moyen est inférieur à 381 microns.

(b) On répète les opérations de l'exemple Ia sauf qu'on utilise de l'azote à une pression de 42,19 kg/cm² et qu'on maintient l'extrudeuse à des températures de l'ordre de 300°C à l'arrière à 350°C à la tête, ces températures étant supérieures au point de fusion du plomb. Le polyéthylène résultant présente une distribution uniforme de petites cellules dont le diamètre moyen est inférieur à 76,2 microns.

(c) Pour la comparaison, on répète les opérations de l'exemple Ia mais en l'absence de poudre de plomb. Le polyéthylène résultant est pauvrement expansé et présente une distribution au hasard de soufflures plutôt que de cellules, ces soufflures ayant un diamètre moyen d'environ 1778 microns.

EXEMPLE II.

(a) 1.000 g de polyéthylène ayant un poids spécifique de 0,92 g/cm³ à 20°C et un indice de fusion de 0,2 à 0,4 à 190°C et 35 g d'oxalate d'argent dont les particules ont une dimension moyenne d'environ 20 microns sont introduits dans un mélangeur de peinture et mélangés complètement. Le mélange résultant est ensuite chargé dans la trémie d'une extrudeuse à

vis du type représenté à la figure 1, le cylindre ayant été préchauffé à une température de l'ordre de 210°C près de la trémie à 260°C près de l'orifice d'entrée du gaz, tandis qu'on y fait passer de l'argon sous une pression de $70,31 \text{ kg/cm}^2$,
5 la température étant d'environ 270°C près de la plaque à écran, ces températures étant suffisantes pour causer la décomposition de l'oxalate d'argent. La plaque à écran placée à la sortie du cylindre de l'extrudeuse sert à restreindre l'écoulement de la solution fondue d'argon dans le polyéthylène créant ainsi une
10 contre-pression de $125,15 \text{ kg/cm}^2$. Ensuite, le polyéthylène fondu passe par la tête et la filière de l'extrudeuse et arrive par un orifice dans l'atmosphère dans laquelle il est expansé pour former une masse cellulaire. Le polyéthylène résultant présente une distribution uniforme de fines cellules dont le diamètre
15 moyen est inférieur à 127 microns.

(b) Pour la comparaison, on répète les opérations de l'exemple IIIa en l'absence d'oxalate d'argent. Le polyéthylène résultant présente des soufflures et les cellules sont très peu nombreuses mais très grandes.

20 Pour la commodité et la brièveté, les exemples suivants sont exposés sous forme de tableaux. Chaque série de données représente un exemple indépendant dans lequel on a suivi la manière de faire générale décrite ci-dessus.

651286

TABLEAU I.

Pré- m- ple	Matière ther- moplastique (g)	Agent de nucléation (g)	Gas	Pression de gaz (kg/cm ²)	Température °C	Pression dans la tête (kg/cm ²)	Remarques
3	Polyéthylène 1000 g	He ₂ Cl ₂ 10 g	Argon	42,19	184 297 298	116,01	Distribution unifor- me de fines cellules dont le diamètre moyen est de 203,2 - 254 microns
4	Polyéthylène 1000 g	Néant	Argon	42,19	168 158 176	225,70	Un petit nombre de cellules dont le dia- mètre moyen est de 1219,2 microns
5	Polyéthylène 1000 g	He ₂ Cl ₂ 10 g	Argon	42,19	166 155 173	217,96	De nombreuses fines cellules dont le dia- mètre moyen est de 254 - 304,8 microns
6	Polyéthylène 1000 g	Ag sous- sière 10 g	Argon	53,25	208 252 257	168,74	Distribution unifor- me de fines cellules dont le diamètre moyen est de 381 mi- crons
7	Polyéthylène 1000 g	Néant	Argon	56,25	208 252 257	168,74	Un petit nombre de cellules dont le dia- mètre moyen est de 1270 - 1718 microns
8	Polyéthylène 1000 g	Zn sous- sière 10 g	Azote	42,19	260 288 294	70,31 *	Distribution unifor- me de fines cellules dont le diamètre moyen est de 127 - 203,2 microns

651286

TABLEAU I (suite)

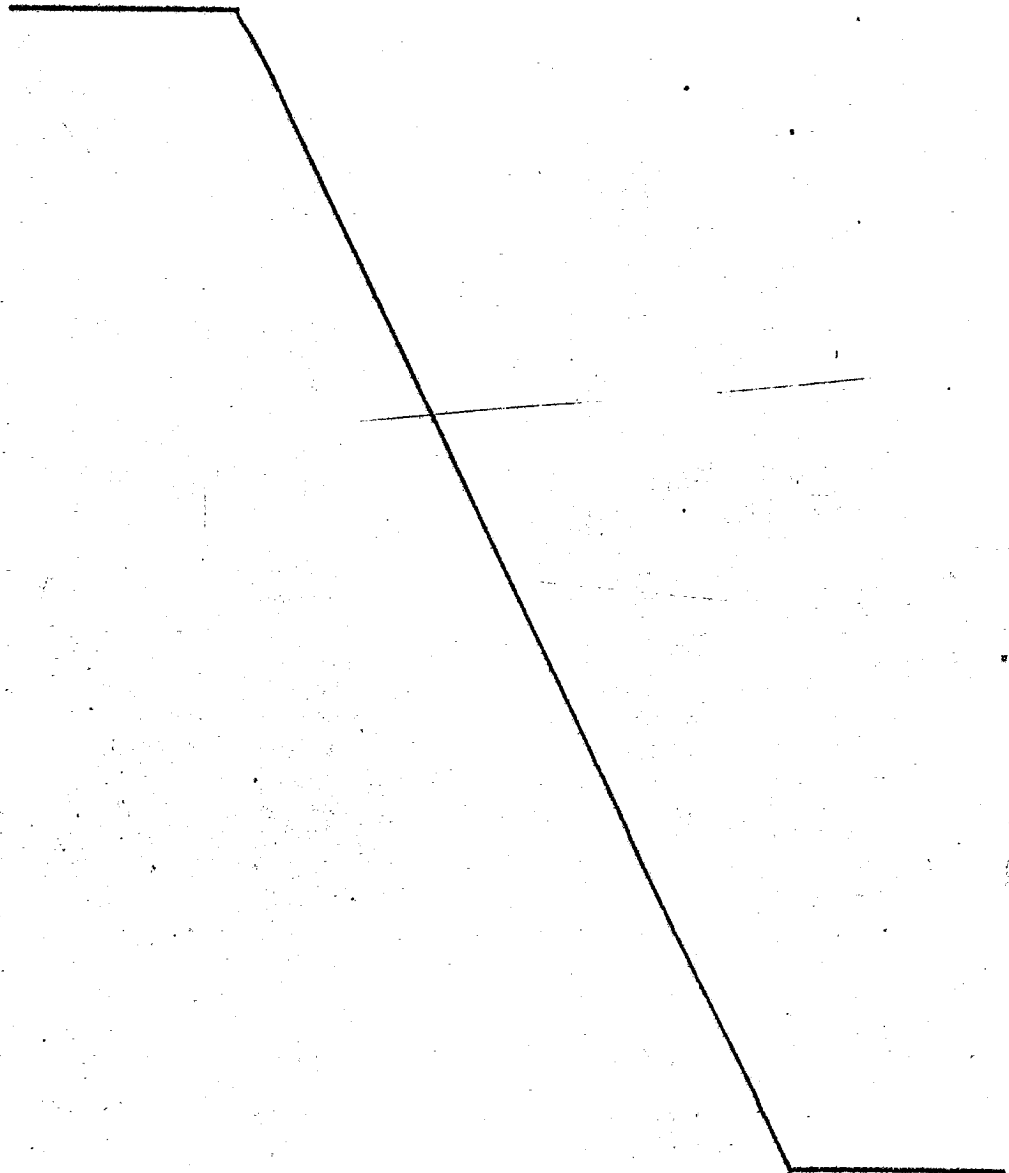
Exemple	Matière thermique	Agent de nucléation	Gaz	Pression de gaz (kg/cm ²)	Température °C	Arrière Tête (kg/cm ²)	Pression dans la tête (kg/cm ²)	Remarques
9	Polyéthylène	néant	Azote	17,19	280	288	294	70,31
	1000 g							Un petit nombre de cellules dont le diamètre moyen est de 1270 microns
10	Polyéthylène	Métal de Wood	Azote	70,31	209	250	238	70,31
	1000 g	5 g						Distribution uniforme de fines cellules dont le diamètre moyen est de 76,2 microns
11	Polyéthylène	Néant	Azote	70,31	209	230	238	70,31
	1000 g							Un petit nombre de cellules dont le diamètre moyen est de 1016 microns
12	Polyéthylène	Mo-Permalloy	Azote	123,04	199	244	199	84,37
	1000 g	81% Ni 2% Mo 17% Fe 10 g						Distribution uniforme de fines cellules dont le diamètre moyen est de 25,4 - 50,8 microns
13	Teflon	Pb	Azote	<50,25	~350	~370	~370	~175,78
	Résine PEP	poudre						Distribution uniforme de fines cellules dont le diamètre moyen est de 76,2 - 152,4 microns
	1000 g	5 g						
14	Teflon	Néant	Azote	<56,25	~350	~370	~370	~175,78
	Résine PEP							Un petit nombre de cellules dont le diamètre moyen est de 381 microns
	1000 g							

651236

TABLEAU I (suite)

Exem- ple	Matière ther- moplastique (g)	Agent de nucléation (g)	Gas Pression du gaz (kg/cm ²)	Température °C Arrière Milieu Tête (fi- lière) (kg/cm ²)	Pression dans la tête (kg/cm ²)	Remarques
15	Polystyrène 1000 g	Sn poudre 10 g	Azote 59,76	186 212 202	59,76	Distribution unifor- me de fines cellules dont le diamètre moyen est de 76,2 - 177,8 microns
16	Polystyrène 1000 g	Néant	Azote 61,87	186 212 202	61,87	Un petit nombre de cellules irrégulières dont le diamètre moyen est de 762 - 1016 microns
17	Polyméthac- rylate de méthyle 1000 g	Sn poudre 10 g	Azote 59,76	185 222 216	63,28	Distribution unifor- me de fines cellules dont le diamètre moyen est de 76,2 - 177,8 microns
18	Polyméthac- rylate de méthyle 1000 g	Néant	Azote 59,76	185 222 216	63,28	Un petit nombre de cellules dont le diamètre moyen est de 762 - 1016 microns

On répète les opérations décrites dans les exemples précédents sauf qu'on utilise une filière à tête d'équerre du type représenté à la figure 2, tandis qu'on y fait passer à vitesse variable un fil conducteur en cuivre de calibre 19, de diamètre égal à 254 microns. De nouveau, pour la brièveté et la commodité, les résultats sont exposés sous forme de tableaux, chaque série de données représentant un exemple indépendant.



651286

TABLEAU II

Exemple	Matière thermoplastique (g)	Agent de nucléation (g)	Gaz	Pression (kg/cm ²)	Température du milieu à l'écran (°C)	Pression dans la tête (kg/cm ²)	Vitesse du fil (cm/sec)	Résultats
15	Polyéthylène poids spécifique = 0,92 g/cm ³ à 23°C 1000 g	Pb 10 g	Argon	126,56	180 213	179	165,23 36,1	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyenne 152,4 - 203,2 microns Expansion 20,0%
16	Polyéthylène poids spécifique = 0,92 g/cm ³ à 23°C 1000 g	Pb 10 g	Mélange	126,56	179 213	180	179,29 37,6	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyenne 152,4 - 228,6 microns Expansion 22,5%
17	Polyéthylène poids spécifique = 0,92 g/cm ³ à 23°C 1000 g	HE ₂ Cl ₂ 10 g	Azote	126,56	179 212	177	177,88 25,4	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyenne 25,4 - 50,8 microns Expansion 34,2%
18	Polyéthylène poids spécifique = 0,92 g/cm ³ à 23°C 1000 g	Métal de Wood 10 g	Argon	126,56	179 213	179	172,96 55,9	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyenne 50,8 - 76,2 microns Expansion 32,5%

651236

TABLEAU II (suite)

Exem- ple	Matière ther- moplastique (g)	Agent de nucléation (g)	Gaz Pression de Gaz (kg/cm ²)	Température °C Milieu Plaque à écran (fil- lière)	°C Tête dans la tête (kg/cm ²)	Vitesse du fil cm/sec.	Résultats
19	Polyéthylène Poids spéci- fique = 0,92 g/cm ³ à 23°C 1000 g	Zn pous- sière 10 g	Argon 126,56	180 214	179	185,62 31	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyen- ne 127 - 177,8 microns Expansion 27,5%
20	Polyéthylène Poids spéci- fique = 0,92 g/cm ³ à 23°C 1000 g	Sn 10 g	Argon 126,56	179 214	179	179,29 32,5	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyen- ne 203,2 microns, Expansion 25,8%
21	Polyéthylène Poids spéci- fique = 0,92 g/cm ³ à 23°C 1000 g	Sn 10 g	Argon 119,53	253 240	203	175,78 30	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyen- ne 50,2 microns Expansion 31,7%
22	Polyéthylène Poids spéci- fique = 0,92 g/cm ³ à 23°C 1000 g	Ag 10 g	Argon 122,45	180 214	180	179,29 32	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyen- ne 152,4 - 203,2 microns Expansion 26,5%

TABLEAU II (suite)

Exemple	Matière thermoplastique (g)	Agent de nucléation (g)	Gaz de pression de gaz (kg/cm ²)	Température du fil à l'écran (°C)	Pression dans la tête (kg/cm ²)	Vitesse du fil (cm/sec)	Résultats
23	Polyéthylène Poids spécifique = 0,92 g/cm ³ à 23°C 1000 g	Oxalate d'argent 10 g	Azote 121,64	171 200	173	32	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyenne 50,8 - 101,6 microns
24	Polyéthylène Poids spécifique = 0,92 g/cm ³ à 23°C 1000 g	Acétate mercurique 10 g	Azote 140,62	260 207	214	32	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyenne 50,8 - 101,6 microns
25	Marlex 5000 Poids spécifique = 0,96 g/cm ³ 1000 g	Sn 10 g	Argon 45,70	258 240	202	7,62	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyenne 25,4 - 50,8 microns Expansion 28,7%
26	Chlorure de polyvinyle Poids spécifique = 1,31 g/cm ³ 1000 g	Métal de Wood 10 g	Azote 130,07	199 169	141	31	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyenne 25,4 - 50,8 microns
27	Polypropylène Poids spécifique = 0,91 g/cm ³ 1000 g	Oxalate mercurique 10 g	Azote 98,43	209 220	190	25,4	Distribution uniforme de fines cellules, dimension moyenne 25,4 - 50,8 microns

REVENDICATIONS.

1.- Procédé de préparation d'une matière thermoplastique cellulaire comprenant les étapes suivantes : chauffage de la matière thermoplastique mélangée à un produit discontinu en particules au-dessus de son point de ramollissement sous la pression d'un gaz qui est soluble dans la matière thermoplastique et la saturant en principe et extrusion de la composition résultante dans une zone de basse pression, dans des conditions telles que la matière thermoplastique est sursaturée par rapport au gaz, caractérisé en ce que le produit discontinu en particules présente une conductibilité thermique de l'ordre de 0,001 à 1,0 (cal)(cm)/(sec)(cm)(°C) et une chaleur spécifique de l'ordre de 0,003 à 0,3 cal/g tandis que le gaz quittant la solution s'assemble en noyaux aux endroits du produit en particules.

2.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que le produit en particules est présent à raison de 0,005 à 10% en poids de la matière thermoplastique.

3.- Procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce que le produit en particules est présent à raison de 0,1 à 3,5% en poids de la matière thermoplastique.

4.- Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le produit en particules est sous forme liquide à la température de chauffage de la matière thermoplastique.

5.- Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le produit en particules est sous forme d'un métal élémentaire, les particules étant plus fines que 177 microns et mesurant, de préférence, 0,01 à 80 microns en moyenne.

651236

5 6.- Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le produit en particules est sous forme d'un alliage, les particules étant plus fines que 177 microns et mesurant, de préférence, 0,01 à 80 microns en moyenne.

10 7.- Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le produit en particules est sous forme d'un composé métallique capable de se décomposer en libérant un métal pendant le chauffage de la matière thermoplastique, les particules étant plus fines que 177 microns et mesurant de préférence, 0,01 à 80 microns en moyenne.

15 8.- Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications précédentes, caractérisé en ce que la matière thermoplastique cellulaire est déposée directement par extrusion autour d'un conducteur électrique.

9.- Matière thermoplastique cellulaire préparée par le procédé suivant l'une ou l'autre des revendications précédentes.

BRUXELLES le 21 juillet 1964.
P. - Western Electric
Company Incorporated.

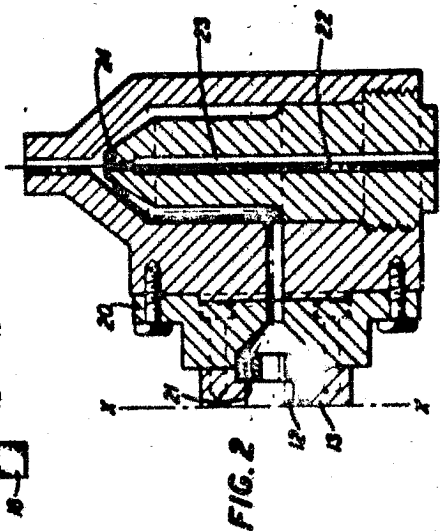
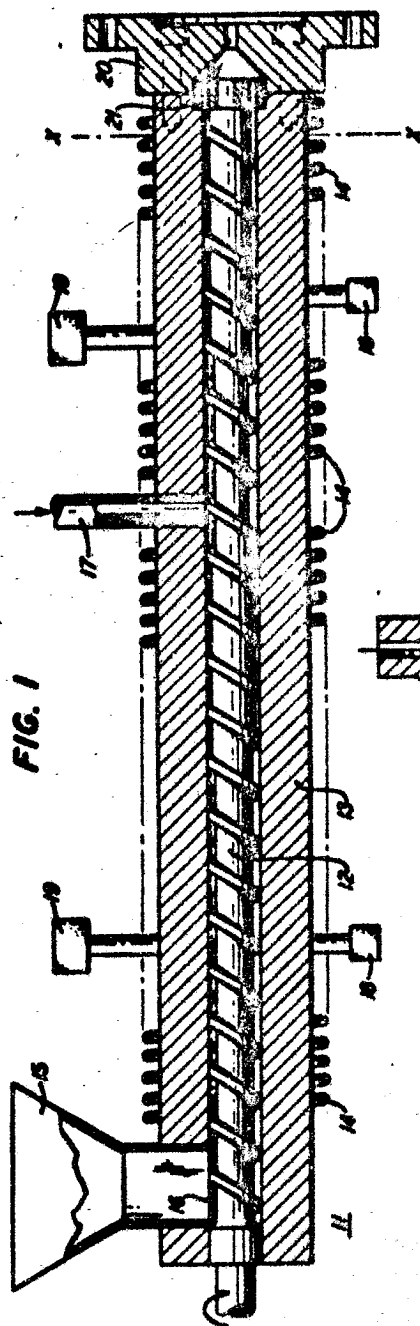
P. P^{re} A. VAN. ER HAEGHEN



BELGIUM

WESTERN ELECTRIC COMPANY INCORPORATED

651286



BRUXELLES, le 31 juillet 1964

P. ^{re} WESTERN ELECTRIC COMPANY
INCORPORATED

P. P^{re} A. VANDER HALGHEN