



(22) Date de dépôt/Filing Date: 2011/03/16
(41) Mise à la disp. pub./Open to Public Insp.: 2011/09/17
(45) Date de délivrance/Issue Date: 2018/05/01
(30) Priorité/Priority: 2010/03/17 (FR10 51890)

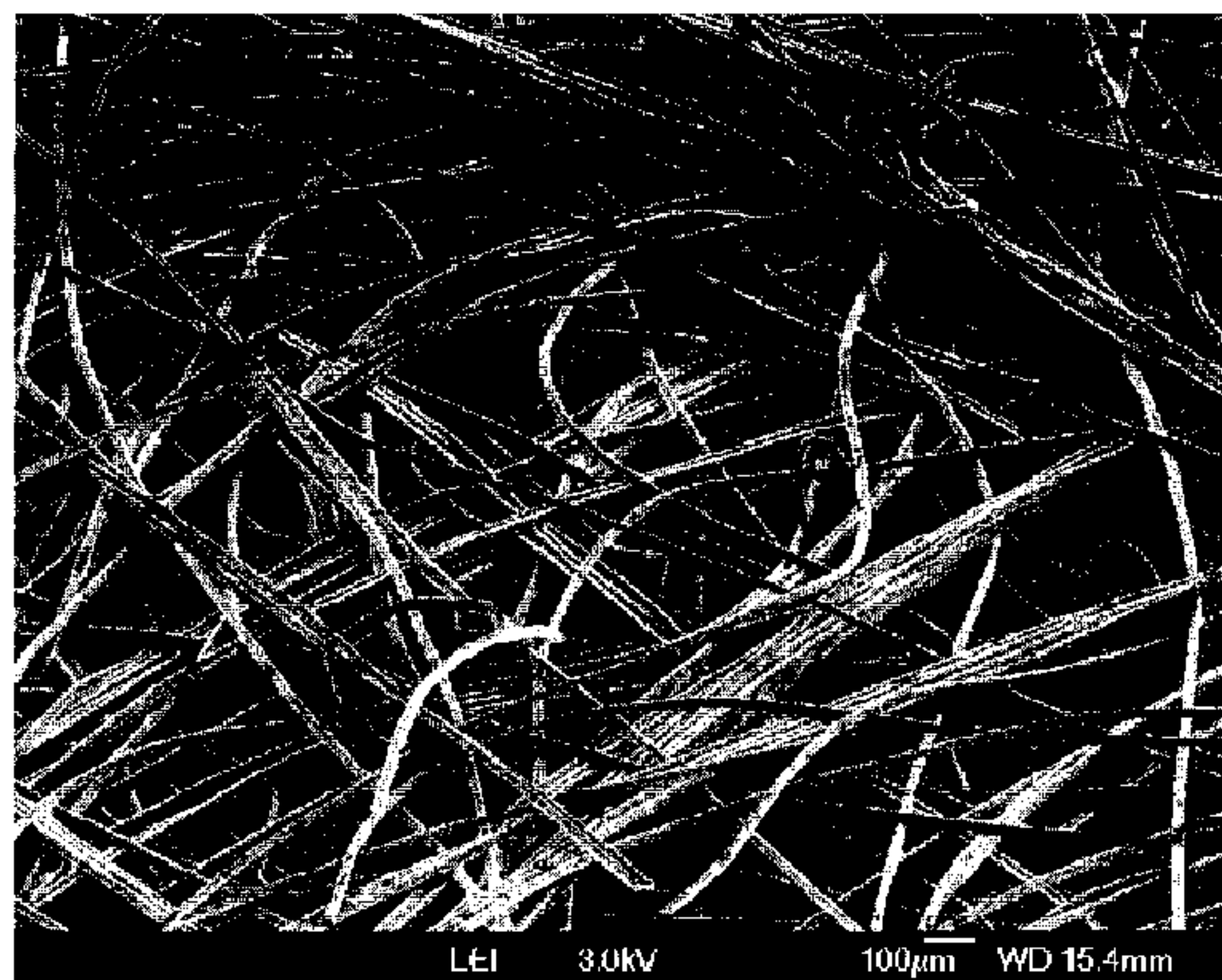
(51) Cl.Int./Int.Cl. *D04H 1/48* (2012.01),
B32B 11/12 (2006.01), *B32B 27/14* (2006.01),
B32B 5/06 (2006.01)

(72) Inventeurs/Inventors:
ROSE, FREDERIC, FR;
RIBOULET, GEORGES, FR;
MIGLIAVACCA, MASSIMO, IT;
LOSSER, JEAN-MARC, FR;
GROTEN, ROBERT, FR

(73) Propriétaire/Owner:
FREUDENBERG POLITEX SA, FR

(74) Agent: DURELL, KAREN L.

(54) Titre : PRODUIT NON-TISSE CONTENANT DES PARTICULES ORGANIQUES ET/OU MINERALES ET SON
PROCEDE DE FABRICATION
(54) Title: NONWOVEN PRODUCT CONTAINING ORGANIC PARTICULES AND/OR MINERAL AND ITS METHOD OF
MANUFACTURE



(57) **Abrégé/Abstract:**

La présente invention a pour objet un produit non-tissé contenant des particules organiques et/ou minérales et son procédé de fabrication.

Produit non-tissé souple, de densité volumique inférieure à 1 et formé d'au moins deux couches de fibres ou de filaments synthétiques superposées dans la direction Z perpendiculaire au plan XY dudit produit, ayant subi au moins une opération d'aiguilletage mécanique ou hydraulique, ledit produit non-tissé intégrant en outre des charges particulières sous forme de particules minérales et/ou organiques distribuées de manière monomodale ou multimodale dans ce produit et au moins partiellement enrobées ou encapsulées par un matériau liant apte à relier au moins ponctuellement les filaments ou fibres entre eux (elles),

produit non tissé caractérisé en ce qu'au moins une population ou fraction des particules organiques et/ou minérales, dites "grosses particules", présente une taille telle que :

$$3 \times (\sqrt{SMf})^3 \leq v, \text{ préférentiellement } 5 \times (\sqrt{SMf})^3 \leq v,$$

où SMf correspond à la section moyenne des fibres ou filaments formant les couches du produit non-tissé et v représente le volume individuel moyen des particules organiques ou minérales.

ABRÉGÉ

La présente invention a pour objet un produit non-tissé contenant des particules organiques et/ou minérales et son procédé de fabrication.

Produit non-tissé souple, de densité volumique inférieure à 1 et
5 formé d'au moins deux couches de fibres ou de filaments synthétiques superposées dans la direction Z perpendiculaire au plan XY dudit produit, ayant subi au moins une opération d'aiguilletage mécanique ou hydraulique, ledit produit non-tissé intégrant en outre des charges particulières sous forme de particules minérales et/ou organiques distribuées de manière
10 monomodale ou multimodale dans ce produit et au moins partiellement enrobées ou encapsulées par un matériau liant apte à relier au moins ponctuellement les filaments ou fibres entre eux (elles),

produit non tissé caractérisé en ce qu'au moins une population ou fraction des particules organiques et/ou minérales, dites "grosses
15 particules", présente une taille telle que :

$$3 \times (\sqrt{SMf})^3 \leq v, \text{ préférentiellement } 5 \times (\sqrt{SMf})^3 \leq v,$$

où SMf correspond à la section moyenne des fibres ou filaments formant les couches du produit non-tissé et v représente le volume individuel moyen des particules organiques ou minérales.

- 1 -

Produit non-tissé contenant des particules organiques et/ou
minérales et son procédé de fabrication

DESCRIPTION

5

La présente invention concerne le domaine des supports à base de non-tissés en textiles synthétiques.

Elle est relative à un produit non-tissé souple et stable dimensionnellement, sous forme d'armature ou de support en polymères thermoplastiques constitué de filaments ou fibres liés chimiquement, ainsi
10 que son procédé de fabrication.

Plus particulièrement, la présente invention vise l'amélioration des propriétés physiques et mécaniques de textiles non-tissés en fibres ou filaments continus liés chimiquement, par l'utilisation de charges minérales
15 et/ou organiques, par exemple intégrées dans le liant lors de la phase d'imprégnation, d'enduction ou de dispersion, et ainsi partiellement ou totalement encapsulées par la résine après réticulation.

La charge particulière minérale et/ou organique peut être constituée d'un mélange de différentes populations en granulométrie et/ou
20 en nature, permettant d'augmenter à la fois le nombre des liaisons entre les couches du réseau fibreux constituant le produit non-tissé, et éventuellement la taille des points de liaison entre filaments ou fibres.

Dans le domaine précité, l'évolution actuelle tend vers la réalisation de nouveaux produits non-tissés, soit par allègement des
25 composants, soit par l'utilisation de produit moins nobles, mais durables ou renouvelables ou recyclables, ou encore à contenu énergétique moindre, pour des raisons économiques, ou environnementales.

Dans le même temps, la recherche de la baisse des coûts de production pousse les fabricants à produire de plus en plus rapidement, ce
30 simultanément avec des exigences de plus en plus élevées.

Les propriétés mécaniques et de stabilité à chaud des produits non-tissés utilisés comme armatures deviennent des facteurs absolument déterminants, quant à leur aptitude à transformation lors du bituminage ou de traitements à chaud sous contrainte analogues, du fait d'un effet
35 mémoire thermique, ainsi qu'en regard des exigences de qualité et de durabilité dans l'application finale.

- 2 -

Actuellement, ces armatures sont fréquemment constituées d'un non-tissé de 80g/m² à 350g/m² pouvant être lié et stabilisé chimiquement dans le cas de support homopolymérique, ou thermiquement dans le cas de l'utilisation de surfaces constituées de deux polymères par la fusion de l'un d'entre eux.

Ces surfaces ou produits non-tissés peuvent être dans certains cas renforcé(e)s de fils, de grilles, de voiles ou de tissés en verre ou en polymères synthétiques à très hauts modules, avant d'être éventuellement utilisé(e) en tant qu'armatures destinées à être imprégnées et enduites à l'aide de bitumes modifiés par des polymères ou d'autres substrats, ou de subir des transformations sous contraintes thermiques.

D'une façon générale, ces surfaces, après mise en nappe suivant des procédés de fabrication par voie sèche, par voie humide ou par voie fondue connus de l'homme du métier, subissent un entremêlement par aiguilletage mécanique ou par liage hydraulique avant leur consolidation thermique et/ou chimique afin d'assurer une cohésion au moins partielle du réseau fibreux et ainsi lui conférer l'essentiel de sa résistance à la rupture.

Le liage chimique ou thermique intervenant ultérieurement a pour objectif de rendre la surface ou le produit non-tissé dimensionnellement stable par rapport aux contraintes thermomécaniques auxquelles la surface ou le produit peut être soumis(e).

Un éventuel renforcement additionnel de ces textiles, par des fils, des grilles ou des tissés de verre ou en polymères à très haut modules, incorporé(e)s avant le liage mécanique ou hydraulique ou chimique ou au cours de la mise en nappe, a pour objectif de réduire davantage encore la déformabilité sous contrainte à chaud (à la température de post traitement ou de transformation) de ces structures fibreuses ainsi stabilisées.

En effet, ces surfaces ou produits non-tissés en nappes exigent, tant à la pose qu'au vieillissement, une grande stabilité dimensionnelle. De surcroît, ils subissent lors de leur fabrication ou transformation simultanément des contraintes mécaniques et thermiques d'intensités bien supérieures à celles subies en cours d'utilisation ou de mise en œuvre finale.

De nombreux types de produits non-tissés, répondant de manière plus ou moins satisfaisante aux exigences précitées, ainsi que leurs procédés de fabrication, ont déjà été proposés et sont connus dans le domaine.

- 3 -

Ainsi, le brevet français FR 88 16711 décrit un procédé de fabrication d'un support à base de non-tissé pour article plat de bonne stabilité dimensionnelle, pouvant être lié chimiquement ou thermiquement, présentant un poids entre 20 et 500g/m² et renforcé longitudinalement par des fils continus à haut modules, de préférence supérieurs à 50 GPa. Dans le produit non-tissé résultant, la rupture des fils de verre intervient, sous une température de 180°C, sous une contrainte d'au moins 80 N par mètre de largeur et le module à froid est le même avec ou sans fils de renfort. La stabilité dimensionnelle à chaud et la déformabilité s'en trouvent ainsi sensiblement améliorées par rapport à des produits non-tissés standards.

Par le document US 6 221 973, on connaît la composition, ainsi que le mécanisme de réticulation aux environs de 200°C, de liants chimiques aqueux pour des produits non-tissés utilisés dans l'industrie des armatures d'étanchéité. Ces liants consistent en des mélanges d'un polyacide contenant au moins deux groupes carboxyliques, d'un polyalcool contenant au moins deux groupes hydroxyliques et d'un accélérateur.

Afin de répondre aux nouvelles normes internationales, la résine résultante formant liant divulguée par ce document US est substantiellement libre de formaldéhyde. Cette résine est imprégnée sur un support non tissé en fibres de verre destiné à la production de chapes bituminées. Les fibres de verre étant en elles-mêmes insensibles au domaine de température pratiqué lors de l'enduction d'asphalte, la fonction essentielle du liant est alors d'assurer la cohésion des fibres par la solidité et l'adhérence des points de liaisons chimiques, afin d'éviter un retrait mécanique de la surface, en développant une résistance acceptable, la surface n'étant pas préalablement consolidée.

Contrairement aux armatures en polyester, et plus généralement les produits non-tissés en polymères thermoplastiques, les fibres ou fils de verre composant la structure décrite dans ce document US ne subissent pas de modifications structurelles liées aux fortes tensions et températures exercées, qui peuvent engendrer ensuite une rémanence de comportement en retrait lors de cycles thermiques en cours d'utilisation.

De nombreux autres exemples de liants permettant de consolider des surfaces non-tissés sont connus dans l'état de la technique, par exemple par les documents US 4 076 917, EP 0 583 086 et WO 97/31036.

- 4 -

Certaines applications ou exigences produits/marché récentes demandent simultanément une très bonne stabilité dimensionnelle conjuguée à une augmentation de l'épaisseur des produits non-tissés.

Des contraintes techniques et économiques n'autorisant pas toujours une augmentation de la masse surfacique, il est alors nécessaire d'intervenir sur une diminution de la densité du produit, généralement située dans un domaine de 0,15 à 0,3, soit environ 70 à 80 % de vide en fonction de la matière à lier.

Cette augmentation d'épaisseur à grammage constant influence, on le comprend aisément, négativement le nombre ainsi que la taille des points de liaison, par l'augmentation des distances entre filaments ou fibres en couches superposées selon l'axe Z et par conséquent influence négativement sur la stabilité et/ou le module du produit non-tissé concerné.

Les documents US 6 299 936 et EP 1 664 418 citent l'utilisation de résines réticulables en dilution aqueuse de 40 % à 95 %, éventuellement additionnées de charges minérales telles que le Boron, des silicates ou des fibres de verre, en vue de la réalisation de produits très rigides et épais (>1cm), constitués de fibres inorganiques et utilisés dans l'isolation.

Ces documents évoquent également des applications en relation avec la consolidation possible d'armatures d'étanchéités ou de sous couches de tapis ou de papier. Toutefois, les supports visés sont composés uniquement de fibres ou de filaments de verre, donc insensibles à la température dans les domaines pratiqués. De plus, les produits non-tissés visés ne sont pas préalablement liés par un entremêlement du type aiguilletage hydraulique ou mécanique, fragilisant considérablement le réseau.

Par ailleurs, le document US 2009/0048371 décrit la réalisation d'une membrane d'étanchéité bituminée sur les deux faces, basée sur un non-tissé en fibres synthétiques ou artificielles, qui est consolidé par un mélange d'au moins un liant chimique et de l'hydroxyde d'aluminium.

Le séchage et la réticulation du liant sont effectués de préférence à une température de 190°C à 210°C pendant environ 0,5 minutes à environ 5 minutes et de préférence de 1,3 à 3,0 minutes. Le taux pondéral de liant à sec est compris de préférence entre 15 et 20 % (0,5 % à 30 %) du poids du produit non-tissé à lier. L'hydroxyde d'aluminium est incorporé avec un taux de 10 % à 100 % du taux de liant chimique à sec. La

- 5 -

taille des particules d'hydroxyde d'aluminium se situe dans un domaine de 0,5 μm à 50 μm et de préférence entre 0,9 μm et 5 μm . La nappe non-tissée est ensuite enduite ou imprégnée de bitume pour former la membrane.

5 Ce document US revendique une amélioration de la charge de rupture et de la stabilité thermique de la surface ainsi réalisée.

Néanmoins, dans les exemples comparatifs cités, on constate en particulier lors de l'utilisation de 10 parties de carbonate de calcium ou de kaolin, une diminution très significative de la charge à la rupture et une augmentation de la déformabilité.

10 Dans le document BE 858 986 est décrite l'utilisation d'un liant comprenant un mélange de polymère, d'un liant formé en émulsion et d'une charge inerte destinée à accroître la résistance mécanique de l'étoffe. La surface à lier est constituée d'un mélange de fibres synthétiques, naturelles et/ou artificielles dans des grammages légers, la cohésion et les propriétés
15 finales de l'étoffe n'étant assurées qu'à l'aide de ce liant fixant les fibres, pour éviter ou améliorer le délitement.

La masse surfacique moyenne de ces surfaces est de l'ordre de 25 à 35 g/m^2 et la réalisation de surfaces plus lourdes est assurée par superposition et consolidation ultérieure des surfaces unitaires.

20 Le niveau de résistance atteint dans le sens de traction le plus favorable, même amélioré par les charges minérales utilisées, reste très faible et de l'ordre de 50N à 80N/5 cm ramené à 100 g/m^2 . Ces valeurs sont à comparer avec celles d'un produit non-tissé formant armature d'étanchéité, qui sont de l'ordre de 5 à 10 fois supérieures, pour atteindre
25 250 à 350N/5 cm pour le même poids final.

Le domaine d'application des produits décrits dans ce document BE se situe principalement dans le cadre des textiles à usage quasi unique, ou de l'isolation thermique. Ces produits non-tissés sont impropres à une utilisation dans le cadre des armatures d'étanchéité ou de
30 supports thermiquement stables, du fait de la faiblesse de la cohésion ainsi que du niveau des propriétés mécaniques obtenues. Il est en outre relevé que certaines charges, telles que le silicate de calcium, génèrent une perte de résistance du produit non-tissé.

La présente invention vise, en relation avec un produit non-tissé
35 souple, de densité inférieure à 1, à base de matériau(x) synthétique(s), et intégrant au moins un liant, à améliorer les propriétés physiques et mécaniques de ce produit, en augmentant en particulier la taille et le

- 6 -

nombre des points de liaison entre les fibres ou filaments appartenant aux différentes couches du produit, et préférentiellement également entre les fibres ou filaments d'une même couche.

L'invention devrait avantageusement également permettre de
 5 moduler, de modifier, ou d'améliorer les propriétés physiques et/ou mécaniques et particulièrement le comportement élastique, et la déformabilité à froid et à chaud de production de supports non-tissés, notamment consolidés par un liant chimique réticulable.

A cet effet, l'invention a pour objet un produit non-tissé souple,
 10 de densité volumique inférieure à 1 et formé d'au moins deux couches de fibres ou de filaments synthétiques superposées dans la direction Z perpendiculaire au plan XY dudit produit, ayant subi au moins une opération d'aiguilletage mécanique ou hydraulique, ledit produit non-tissé intégrant en outre des charges particulières sous forme de particules
 15 minérales et/ou organiques distribuées de manière monomodale ou multimodale dans ce produit et au moins partiellement enrobées ou encapsulées par un matériau liant apte à relier au moins ponctuellement les filaments ou fibres entre eux (elles),

produit non-tissé caractérisé en ce qu'au moins une population
 20 ou fraction des particules organiques et/ou minérales, dites "grosses particules", présente une taille telle que :

$$3 \times (\sqrt{SMf})^3 \leq v, \text{ préférentiellement } 5 \times (\sqrt{SMf})^3 \leq v,$$

où SMf correspond à la section moyenne des fibres ou
 filaments formant les couches du produit non-tissé et v représente le volume
 25 individuel moyen des particules organiques ou minérales.

De manière avantageuse, les grosses particules constituent la fraction majoritaire, en termes de masse et/ou de volume, des charges particulières présentes dans le produit non-tissé et réalisent des pontages ou des connexions entre les nœuds, mailles, fibres et filaments d'une même
 30 couche et entre les couches superposées formant le produit non-tissé.

Selon une variante de réalisation préférée de l'invention, le produit non-tissé fait état d'au moins l'une des caractéristiques suivantes :

- les grosses particules présentent au moins une dimension d telle que $d \geq 3 \times DMf$, préférentiellement $d \geq 5 \times DMf$, où DMf correspond
 35 au diamètre moyen des fibres ou filaments formant les couches du produit non-tissé,

- 7 -

- les grosses particules présentent une taille moyenne correspondant à au moins 20 % de la taille moyenne des pores apparents des couches du produit non-tissé vues selon la direction Z perpendiculaire au plan XY du produit non-tissé.

5 Dans le cadre de produits non-tissés dont les fibres filaments présentent une valeur de titre située dans la plage usuelle, les grosses particules présentent avantageusement une granulométrie moyenne qui est supérieure à environ 50 μm , préférentiellement supérieure à environ 60 μm .

10 Bien qu'une taille importante des grosses particules soit bénéfique pour l'établissement des liaisons et pontages entre fibres et filaments de couches éloignées, il faut néanmoins que ces grosses particules puissent être introduites dans le réseau fibreux du produit non-tissé et qu'en outre elles ne génèrent pas de surépaisseur locale (par déformation des couches ou en étant saillant). Il convient donc que leur taille soit également
15 adaptée pour qu'elles puissent se nicher dans l'épaisseur du produit non-tissé.

Les inventeurs ont constaté que ces buts étaient atteints lorsque le volume individuel v des grosses particules vérifie en outre l'inéquation suivante : $v \leq 50 \times (\sqrt{SMf})^3$, préférentiellement $v \leq 30 \times (\sqrt{SMf})^3$.

20 Préférentiellement, au moins l'une des deux dispositions suivantes est également vérifiée :

- les grosses particules présentent une taille moyenne inférieure à environ 120 %, préférentiellement à environ 100 %, de la taille moyenne des pores apparents des couches du produit non-tissé vues selon la direction
25 Z perpendiculaire au plan XY dudit produit,

- les grosses particules font état d'une granulométrie moyenne inférieure à environ 400 μm , avantageusement à environ 300 μm , préférentiellement à environ 200 μm .

30 Afin d'améliorer la qualité et d'augmenter le nombre des liaisons entre fibres ou filaments d'une même couche, les charges particulières minérales et/ou organiques comprennent également une population ou fraction de particules dont la granulométrie est inférieure à 30 μm , préférentiellement à 20 μm .

35 En accord avec un mode de réalisation avantageux de l'invention, les charges minérales et/ou organiques sont présentes avec un taux pondéral compris entre 1 % et 30 %, préférentiellement entre 5 % et

25 %, du poids des fibres ou filaments formant les couches du produit non-tissé.

Dans la présente description, on entend par couche la superposition d'un ensemble de filaments ou de fibres orientés dans un plan XY et légèrement entremêlé dans le même plan.

Dans le cas d'un procédé par voie fondue (filament continu) la vitesse de filage (en général de 30 à 120 m/s) est telle que les filaments en rideau ou en faisceaux lors de la mise en nappe, sont "bambanés" sur eux mêmes, plus ou moins par paquets, en s'étalant sur le tablier de nappage, formant ainsi les couches de micro-nappage (micro couches, sous couches) de quelques millimètres carrés ou moins, visées de la présente invention.

Dans le cas d'un procédé par voie sèche où humide, les fibres préalablement individualisées sont déposées en continu en faisceaux sur le tablier de nappage, formant ainsi les couches de micro-nappage telles que définies ci-dessus.

Les systèmes de mise en nappe peuvent donner lieu éventuellement à la superposition de plusieurs rideaux ou faisceaux, aboutissant ainsi à la réalisation de couches de ces sous-couches de filaments ou de fibres. C'est le cas des procédés multi-rideaux (filaments continus) ou des procédés par voie sèche, dans lesquels des voiles se superposent les uns sur les autres.

Bien entendu, les couches de couches peuvent être réalisées par assemblage de différents non-tissés préalablement liés. Les pontages en Z évoqués dans la présente touchent indifféremment les couches ou « sous couches » ou « micro couches » à leurs interfaces.

En vue d'éviter toute influence de la température dans les plages de températures auxquelles est normalement exposé le produit non-tissé durant ses phases de fabrication, de traitement ou d'application, le ou les matériau(x) formant les particules minérales et/ou organiques a (ont) une température de fusion supérieure à celle du ou des matériaux formant les fibres ou filaments des couches, le cas échéant à la température de fusion, d'activation, de réticulation ou de séchage du liant.

En variante, et en fonction des applications envisagées et des propriétés visées pour le produit non-tissé, il peut être prévu que la température de fusion des particules organiques est inférieure à celle des fibres ou filaments et, selon le cas, inférieure ou supérieure à la température

- 9 -

de thermofixation, de séchage, d'activation ou de réticulation du matériau formant le liant.

Conformément à des caractéristiques additionnelles avantageuses de l'invention, il peut être prévu :

5 - que les particules formant les charges présentant une granulométrie supérieure à 100 μm , avantageusement supérieure à 60 μm , préférentiellement supérieure à 20 μm sont de nature ou d'origine organique,

10 - qu'une partie des particules formant les charges minérales et/ou organiques consistent en des particules expansibles avec la température.

Bien que le matériau synthétique formant les fibres ou filaments puisse être quelconque, pour autant qu'il soit apte à la production de non-tissé et adapté à l'application envisagée, les fibres ou filaments
15 continus formant les couches du produit non-tissé sont à base d'un matériau polymère thermoplastique choisi dans le groupe formé par les polypropylènes, les polyesters, les polyamides, les polyéthylènes, ainsi que les copolymères de ces différents polymères et les mélanges possibles de ces différents polymères et copolymères.

20 Pour augmenter la cohésion structurelle du produit non-tissé, et améliorer ses performances dans des domaines et pour des caractéristiques ciblées, il peut être prévu qu'il intègre, éventuellement au niveau de ou entre deux ou plusieurs couches constitutives, des structures de renfort sous forme de filaments, de grille(s) et/ou de textile à caractéristiques de
25 stabilisation élevés, les particules minérales et/ou organiques au moins partiellement enrobées ou encapsulées par le liant établissant des liaisons rigides ou réalisant des pontages entre ces structures de renfort et les filaments ou fibres des couches par l'intermédiaire dudit liant.

En accord avec des variantes de réalisation préférées de
30 l'invention, il peut en outre être prévu :

- que le matériau formant les particules minérales est choisi dans le groupe formé par les carbonates, les silicates et les sulfates tels que le carbonate de calcium, l'hydroxyde de magnésium ou d'aluminium, le sulfate de baryum, l'argile, le kaolin, le quartz, le talc et les oxydes et les
35 hydroxydes tels que l'oxyde de titane, la bauxite, la gibbsite,

- que le matériau formant les particules organiques est choisi dans le groupe formé par les celluloses, fibreuses ou particulières, tels que

- 10 -

le bois, la lignine, les graphites, les polymères recyclés thermodurcissables micronisés, tels que l'époxy et la bakélite (nom déposé), les polymères thermoplastiques micronisés, tels que le PET (polyéthylène téréphtalate), le PBT (polybutylène téréphtalate), le PP (polypropylène), le PE
5 (polyéthylène), le PA (polyamide), ainsi que leurs copolymères, et/ou,

- que le matériau formant le liant est choisi dans le groupe formé par les résines avec ou sans formaldéhyde, les résines liquides, en émulsion ou en dispersion à base d'acrylate, de styrol-acrylate, de vinyl-acétate, de méthacrylate, de vinyl-acrylate, d'acrylamides, de méthyl-acryl-
10 amides, d'éthyl-vinyl-acétate, de styrol-butadiène, de vinyl-alcool, de butadiène-acrylate, de polyuréthane, de silicone, les résines réticulantes, à base de phénol, de mélamine, d'urée, d'époxy, d'alkyde, de polyester.

La présente invention a également pour objet un procédé de fabrication d'un produit non-tissé souple, de densité volumique inférieure à
15 1 et formé d'au moins deux couches de fibres ou de filaments superposées dans la direction Z perpendiculaire au plan XY dudit produit, ayant subi au moins une opération d'aiguilletage mécanique ou hydraulique, ledit produit non-tissé intégrant en outre des charges particulières sous forme de particules minérales et/ou organiques distribuées de manière monomodale
20 ou multimodale dans ce produit et au moins partiellement enrobées ou encapsulées par un matériau liant apte à relier au moins ponctuellement les filaments ou fibres entre eux (elles).

Conformément à l'invention, le procédé consiste notamment à réaliser, préalablement, simultanément ou postérieurement à l'intégration du
25 matériau liant dans et/ou entre les couches de fibres ou de filaments, une étape d'incorporation de charges particulières minérales et/ou organiques comprenant au moins une population ou fraction des particules organiques et/ou minérales, dites "grosses particules", présente un volume individuel tel que $3 \times (\sqrt{SMf})^3 \leq v$, préférentiellement $5 \times (\sqrt{SMf})^3 \leq v$, où SMf
30 correspond à la section moyenne des fibres ou filaments formant les couches du produit non-tissé et v représente le volume individuel moyen des particules organiques ou minérales.

De manière préférée, les grosses particules incorporées dans le produit non-tissé correspondent à des particules telles que décrites ci-
35 dessus, l'opération d'aiguilletage étant effectuée avant ou après l'introduction des charges particulières dans et entre les couches du produit non-tissé.

- 11 -

En vue de multiplier également ou de renforcer les points de liaison entre fibres ou filaments d'une même couche, il est avantageusement prévu que les charges particulières minérales et/ou organiques incorporées comprennent également une population ou fraction de particules dont la
5 granulométrie est inférieure à 30 μm , préférentiellement à 20 μm .

Le procédé consiste à incorporer les charges minérales et/ou organiques dans le produit non-tissé avec un taux pondéral compris entre 1 % et 30 %, préférentiellement entre 5 % et 25 %, du poids des fibres ou filaments formant les couches du produit non-tissé.

10 En accord avec une première variante de réalisation du procédé, l'ensemble des particules minérales et/ou organiques est incorporé simultanément dans le produit non tissé, préalablement ou simultanément avec le liant chimique.

En accord avec une seconde variante de réalisation du procédé,
15 les particules minérales et les particules organiques sont incorporées de manière différenciée dans le produit non-tissé, les particules minérales étant introduites postérieurement aux particules organiques.

La température de fusion du ou des matériau(x) formant les particules minérales et/ou organiques peut être, comme indiqué
20 précédemment, inférieure, égale ou supérieure à la température de fusion du ou des matériaux formant les fibres ou filaments des couches, le cas échéant à la température de fusion, d'activation, de réticulation ou de séchage du liant.

Dans le cadre du procédé selon l'invention, il peut en outre être
25 prévu que :

- les particules présentant une granulométrie supérieure à 100 μm , avantageusement supérieure à 60 μm , préférentiellement supérieure à 20 μm sont de nature ou d'origine organique,

- une partie des particules formant les charges minérales et/ou
30 organiques consistent en des particules expansibles avec la température, et/ou,

- les fibres ou filaments continus formant les couches du produit non-tissé sont à base d'un matériau polymère thermoplastique choisi dans le groupe formé par les polypropylènes, les polyesters, les polyamides,
35 les polyéthylènes, ainsi que les copolymères de ces différents polymères et les mélanges possibles de ces différents polymères et copolymères.

- 12 -

Afin d'éviter une sédimentation ou une agglomération des particules minérales et/ou organiques, le procédé peut consister à utiliser un agent thixotrope ou dispersant, dans le cas d'une introduction des charges particulaires et du liant par imprégnation, lorsque la densité des particules est supérieure d'environ 30 %, préférentiellement d'environ 20 %, à celle du liant.

Enfin, il peut également être prévu d'intégrer dans le produit non-tissé, éventuellement au niveau de ou entre deux ou plusieurs couches constitutives, des structures de renfort sous forme de filaments, de grille(s) et/ou de textile à caractéristiques de stabilisation élevés, les particules minérales et/ou organiques au moins partiellement enrobées ou encapsulées par le liant établissant des liaisons rigides ou réalisant des pontages entre ces structures de renfort et les filaments ou fibres des couches par l'intermédiaire dudit liant.

L'invention sera mieux comprise, grâce à la description ci-après, qui se rapporte à des modes de réalisation préférés, donnés à titre d'exemples non limitatifs.

Le procédé de fabrication du produit non-tissé selon l'invention met en œuvre, pour partie, des opérations connues de l'homme du métier.

Ainsi, les couches de fibres ou de filaments du produit non-tissé sont obtenues de manière connue soit par voie sèche, soit par voie fondue ou humide.

Quelle que soit le procédé précité mis en œuvre, l'orientation filamentaire s'avère être pour l'essentiel distribuée en couches dans des plans XY. Des liaisons profondes selon l'axe Z n'existent quasiment pas naturellement.

Des procédés d'entremêlement, tel que l'aiguilletage mécanique ou le liage hydraulique, permettent d'orienter partiellement des fibres ou filaments surfaciques initialement en couches planes, dans la direction de l'épaisseur du produit. Un calandrage lisse ou par points ainsi que par air chaud traversant, permet aussi de fixer thermo-mécaniquement ce réseau par fusion partielle et ponctuelle du polymère. Sans ce type de liage les non-tissés ne disposent pratiquement d'aucune tenue mécanique.

Dans le cas d'un entremêlement par aiguilletage, le nombre de perforations généralement pratiqués se situe dans un domaine de 20 à 150 perforations par cm², et couramment dans une plage de 25 à 70 perforations par cm². Ce taux de perforations autorise donc au maximum une liaison ou

- 13 -

un nœud filamenteux en Z tous les 1 à 2 mm, à condition toutefois que deux aiguilles distinctes ne perforent pas au même endroit, ce qui est relativement fréquent.

5 La cohésion par liage chimique du réseau fibreux est réalisée quant à elle aux points de croisement des fibres ou filaments, mais apparaît principalement aux endroits d'accumulations multi filamenteuses croisées dans les différents plans XY des couches superposées dans l'épaisseur du produit (superposition selon la direction Z).

10 Seuls les fibres ou filaments ou faisceaux de fibres ou filaments croisés contribuent au liaisonnement. Les filaments parallèles liés entre eux ou les parties monofilamenteuses libres du réseau consomment de la résine par un enrobage du type âme/gaine sans pour autant contribuer de façon significative au renforcement du réseau.

15 La liaison en Z s'effectue quant à elle par collage de ces strates ou couches entre elles aux points de croisements correspondants, lorsqu'elles sont en contact.

20 Une augmentation de l'épaisseur du produit non-tissé avec maintien de la masse surfacique, entraîne nécessairement une diminution des points de liaison entre couches ou strates et donc une diminution de la cohésion structurelle et des propriétés physiques et mécaniques dudit produit.

25 L'invention vise notamment à pallier cet inconvénient en proposant l'introduction de charges minérales et/ou organiques comprenant en particulier des grosses particules répondant à un ou plusieurs de critères dimensionnels définis précédemment.

L'incorporation des charges particulières peut être effectuée de différentes manières et à différentes étapes de la fabrication du produit non-tissé, en fonction notamment du type et du mode d'introduction du liant.

30 Avantageusement, l'introduction des charges peut être réalisée en même temps que celle du liant, par imprégnation.

De plus, les charges particulières peuvent présenter différentes populations ou fractions granulométriques en fonction des propriétés particulières supplémentaires recherchées.

35 L'adjonction de charges minérales ou organiques dans la résine liante (destinée à imprégner les couches non-tissées) sous la forme d'un mélange d'au moins deux distributions granulométriques moyennes, permet

- 14 -

artificiellement d'augmenter la taille, mais aussi et surtout le nombre des points de liage.

L'utilisation de granulométries dont la taille est de l'ordre 3 à 10 fois supérieure à celles du diamètre des fibres ou filaments généralement
5 pratiqués dans les non-tissés (15 à 30 micromètres), soit de 50 à 150 micromètres pour les charges minérales ou organiques, permet d'augmenter le nombre des points potentiels de liage en assurant des pontages supplémentaires dans l'axe Z.

Les faibles granulométries d'un équivalent diamètre de 0,5 à 20
10 microns augmentent quant à elles la taille ou la masse des points de liage existants statistiquement naturellement.

Notamment pour les plus faibles granulométries, l'utilisation d'un agent dispersant évite la ré-agglomération des particules et participe de ce fait positivement à l'amélioration des modules à chaud des surfaces ou
15 produits ainsi constitués.

En fonction de la densité de la charge minérale, il convient d'utiliser lorsque la granulométrie augmente au delà de 30 à 50 μ m, un agent thixotrope épaississant, qui évite la sédimentation et assure une parfaite dispersion de ces charges dans le liant chimique et ultérieurement
20 dans la matrice en non-tissé. Cet agent évitant la sédimentation n'est généralement pas nécessaire lorsque les charges sont d'origines organiques du fait de leur bien plus faible densité (située entre 0,8 et 1,4). Pour les très fortes granulométries (en particulier au-delà de 100 μ m), des charges organiques sont préférablement utilisées

De même, et dans le cadre de la recherche d'une augmentation
25 de l'épaisseur du produit à masse surfacique constante, l'utilisation par exemple de microsphères thermiquement expansibles peut s'avérer intéressante (voir par exemple le document WO 2006/068 574). Néanmoins, leur mise en œuvre peut s'effectuer au détriment d'une perte de
30 la stabilité dimensionnelle, ou une augmentation des allongements ou d'une baisse du module à froid comme à chaud. En effet, les distances entre nœuds de liaison dans l'axe Z augmentent, diminuant d'autant le nombre de points de cohésion et de liaison.

La solution selon l'invention avec des charges minérales ou
35 organiques rigides de pontage dans l'axe Z permet de maintenir ou de limiter le niveau de déformabilité à chaud par une compensation des points

- 15 -

de liaisons perdus, voire de l'améliorer en fonction du taux d'introduction et du domaine de souplesse ciblé.

De façon avantageuse lorsqu'une augmentation sensible de la masse surfacique n'est pas nécessairement recherchée, l'utilisation de charges organiques d'une densité deux à trois fois plus faible que les charges minérales, peut s'avérer intéressante. Ces charges organiques peuvent être facilement obtenues par micronisation de polymères tels que du polyester du polypropylène ou du polyamide ou de tous polymères thermoplastiques ou thermodurcissables. Le broyage de polymères bouteilles ou la récupération des fines issues du lavage et de la mise en paillettes pour recyclage dans ces procédés permet économiquement de disposer de matériaux compatibles et de densité très proche du polymère constituant le non-tissé.

Par comparaison à l'entremêlement par aiguilletage, qui permet d'orienter et de créer de nouveaux points de croisements et d'entremêlement espacés de 1 à 2 mm dans l'axe Z pour 30 à 70 perforations par cm², l'intégration de 5 g/m² de charges de taille 40 à 60 µm (soit de 2 à 3 fois le diamètre des filaments) fournit de 500 à 6000 points supplémentaires, de liaisons potentielles en fonction de la densité de la charge, soit de 10 à 60 points par mm² de produit. Cette disposition permet si besoin de minimiser le nombre de perforations par aiguilletage (ce critère correspondant souvent à un goulot d'étranglement de productivité du fait des limites de vitesses de frappe de cette technologie).

La figure 1 est une vue photographique prise au microscope électronique, illustrant l'entremêlage par aiguilletage d'un non-tissé.

Le liage chimique de textiles non-tissés par des résines réticulables est en général pratiqué avec un taux de liant en sec dans un domaine de 15 à 30 % du poids du non tissé. Une partie de ce liant ne contribue pas à la cohésion et la stabilité du produit du fait qu'il vient aussi enrober les filaments libres ou les faisceaux de filaments parallèles entre les nœuds de liaison. On peut estimer que 30 % à 50 % de la résine ainsi introduite est inefficace en regard de certaines propriétés mécaniques recherchées telles que la résistance à la rupture, ou les modules à froid ou à chaud.

La figure 2 est une vue photographique prise au microscope électronique d'une coupe d'un non-tissé existant en strates illustrant un exemple de répartition du liant.

- 16 -

L'utilisation de charges adaptées en tailles et en nature, et éventuellement en forme, densité et propriétés spécifiques, permet d'augmenter ce rendement par diminution du taux de liant ou par amélioration de la fonction de renforcement du fait d'une meilleure synergie avec les supports introduits ou d'un nombre plus important de points d'ancrage.

Les tableaux ci-après illustrent, en relation avec les courbes de la figure 3A (dispersion de la charge) et de la figure 3B (distance interfilaire moyenne), une simulation de distribution idéalisée de charges minérales de différentes granulométries pour un taux de 15 g de charge par m² et pour une densité des particules minérales de 2,2 (masse volumique).

Tableaux 1A :

Masse Vol 2,2 g/cm³
Charge/m² 15 g/m²

Charge

Taille en µm	volume mm ³	Volume cm ³	poids g/partic	Nbre part/m ² Produit	Nbre part/cm ² Produit
1	1,0E-09	1,0E-12	2,2E-12	6,8E+12	681 818 182
2	8,0E-09	8,0E-12	1,8E-11	8,5E+11	85 227 273
3	2,7E-08	2,7E-11	5,9E-11	2,5E+11	25 252 525
5	1,3E-07	1,3E-10	2,8E-10	5,5E+10	5 454 545
10	1,0E-06	1,0E-09	2,2E-09	6,8E+09	681 818
20	8,0E-06	8,0E-09	1,8E-08	8,5E+08	85 227
30	2,7E-05	2,7E-08	5,9E-08	2,5E+08	25 253
40	6,4E-05	6,4E-08	1,4E-07	1,1E+08	10 653
50	1,3E-04	1,3E-07	2,8E-07	5,5E+07	5 455
60	2,2E-04	2,2E-07	4,8E-07	3,2E+07	3 157
70	3,4E-04	3,4E-07	7,5E-07	2,0E+07	1 988
80	5,1E-04	5,1E-07	1,1E-06	1,3E+07	1 332
90	7,3E-04	7,3E-07	1,6E-06	9,4E+06	935
100	1,0E-03	1,0E-06	2,2E-06	6,8E+06	682

15

- 17 -

Taille en μm	Nbre part/mm ² surface Produit	Nbre part/mm ³ Produit	Nbre moyen par equiv arete 1mm	Dist. moyenne inter particules μm
1	6 818 182	6 818 182	179,9	6
2	852 273	852 273	90,6	11
3	252 525	252 525	60,6	16
5	54 545	54 545	36,6	27
10	6 818	6 818	18,4	54
20	852	852	9,3	108
30	253	253	6,2	161
40	107	107	4,7	214
50	55	55	3,7	267
60	32	32	3,1	320
70	20	20	2,7	373
80	13	13	2,3	426
90	9	9	2,1	478
100	7	7	1,9	531

Tableau 1B :

5

Grammage 100 g/m²
 Epaisseur 1 mm
 Couches en Z 16 Nbre/mm épaisseur
 Filaments "cage idéalisée" - xx couches/mm en Z

Titre dTex	Longueur fil km/m ² de produit	Longueur fil mm/mm ² de produit	Nbre moyen par equiv arete 1mm	Dist. moyenne inter filaments μm	Nbre moyen /mm ² planXY	Dist. moyenne XY μm
2	500	500	7,8	129	31,3	179
3	333	333	6,8	147	20,8	219
4	250	250	6,2	162	15,6	253
5	200	200	5,7	174	12,5	283
6	167	167	5,4	185	10,4	310
7	143	143	5,1	194	8,9	335
8	125	125	4,9	203	7,8	358
9	111	111	4,7	211	6,9	379
10	100	100	4,6	219	6,3	400

Les exemples 1 à 4 suivants illustrent différentes variantes de réalisation d'un produit non-tissé selon l'état de la technique (Exemple 1) et selon l'invention (Exemples 2 à 4).

10

- 18 -

Exemple 1 (sans charges particulières)

Une surface en filaments continus en polyester de 6,0 dtex a été préparée à deux niveaux de masse surfacique 125 et 155g/m² suivant un procédé dit "spunbond". Elle a fait l'objet d'un renforcement par des fils de verre de 68 Tex introduits au centre de la nappe suivant le procédés décrit par le document FR 88 16711.

Ces surfaces ont ensuite été liées hydrauliquement à une vitesse de 20 m/min., à raison d'une fois par face, à quatre niveaux de pression différents de 130 à 210 bars à l'aide de buses de 130µm de diamètre, les orifices étant séparés de 0,8mm. Ces essais sont numérotés de E1 à E8 dans le tableau 2 ci-après.

Ces surfaces ont été ensuite reprises et imprégnées plein bain à l'aide d'un liant composé de 88 % d'une résine acrylique et de 12 % d'une mélamine en dilution à 70 % à une vitesse de 12m/min. Le liant a été séché puis réticulé à une température de 215°C sur un premier tambour et à 135°C sur un second tambour en série.

Le taux d'emport a été ajusté de telle sorte qu'il varie théoriquement dans un domaine de 12 à 24 % en sec par rapport au poids du non tissé (ces essais sont numérotés E1.1 à E1.1.2 dans les tableaux ci-après).

- 19 -

Tableaux 2 :

Essai N°	Vitesse	Masse Surfacique Initiale	Pression injecteur HE	Taux de résine	Masse Surf. Finale	Epaisseur
	(m/min)	(g/m ²)	(Bar)	%	(g/m ²)	(mm)
E1	20	126	150	0,0	126	1,09
E2	20	126	130	0,0	126	0,93
E3	20	123	180	0,0	123	1,02
E4	20	126	210	0,0	126	0,94
E5	20	157	130	0,0	157	1,27
E6	20	158	150	0,0	158	1,16
E7	20	155	180	0,0	155	1,15
E8	20	158	200	0,0	158	1,12
E1.1	12	126	150	14,9	148	1,20
E2.1	12	126	130	14,9	148	1,15
E3.1	12	123	180	14,9	150	0,92
E4.1	12	126	210	14,9	146	0,89
E5.1	12	157	130	17,4	190	1,33
E6.1	12	158	150	16,0	188	1,23
E7.1	12	155	180	12,6	189	1,17
E8.1	12	158	200	15,5	187	1,11
E1.1.1	12	126	150	18,2	153	1,10
E1.1.2	12	126	150	23,6	165	1,08

- 20 -

Essai N°	Sens Long. Rupt.Fil. Verre	Sens Long. Allong.Rupt Fil. Verre	Sens Long. Ch. Rupt	SensTransv. Ch. Rupt
	N	(%)	N	N
E1	127	2,1	527	326
E2	128	1,9	525	366
E3	144	2,4	575	358
E4	144	2,2	480	335
E5	133	2,2	645	422
E6	177	2,1	673	440
E7	192	1,8	712	456
E8	155	2,4	740	427
E1.1	350		599	342
E2.1	370		609	328
E3.1	360		600	363
E4.1	340		590	357
E5.1	390		778	444
E6.1	393		778	427
E7.1	408		746	457
E8.1	384		763	462
E1.1.1	311		541	347
E1.1.2	413		613	365

Essai N°	Isotropie SL/ST	Ch. Rupt. Moyenne (SL+ST)/2	Allongement Rupt. SL	Allongement Rupt. ST
	/	N	(%)	(%)
E1	1,62	427	52,7	70,6
E2	1,43	446	52,5	66,4
E3	1,61	467	51	63,6
E4	1,43	408	52,3	64,3
E5	1,53	534	55,7	68
E6	1,53	557	51,8	65,1
E7	1,56	584	50,6	64,8
E8	1,73	584	53,1	64,4
E1.1	1,75	470,5	32,7	37,1
E2.1	1,86	468,5	31,5	34,3
E3.1	1,65	481,5	32,9	37,5
E4.1	1,65	473,5	30,9	37,3
E5.1	1,75	611	34,9	40,7
E6.1	1,82	603	35,5	40,6
E7.1	1,63	602	32,3	42,3
E8.1	1,65	613	34,5	42
E1.1.1	1,56	444	29,5	38,5
E1.1.2	1,68	489	30,2	35,4

Les résultats des différentes propriétés ont été modélisés par une méthode polynomiale de degré deux afin d'être matérialisés. Il apparaît qu'au-delà de 14 % à 16 % de taux de résine liante les propriétés mécaniques du non tissé n'évoluent pratiquement plus, mettant en évidence une très faible efficacité de la résine, néanmoins nécessaire pour assurée une cohésion suffisante au point de jonction/croisement multi filamenteux du réseau en filament polyester. Il apparaît que près de 50 % de la résine sert principalement à enrober les filaments hors nœuds/croisements du réseau. La multiplication de ces nœuds permet ainsi soit de minimiser le taux de résine, soit d'améliorer les propriétés mécaniques, soit de découpler les propriétés du non tissés en regard du taux d'emport. Une contribution légèrement plus importante du taux de résine apparaît pour les masses surfaciques plus élevées du fait de la multiplication de ces points de

- 22 -

croisement. La cohésion avec le renfort en fil de verre reste faible par observation en microscopie électronique.

Les figures 4 et 5 des dessins annexés illustrent respectivement la résistance à l'allongement (FIG. 4) et le module d'étirement (FIG. 5).

5

Exemple 2 : (avec charges particulières)

Une surface en filaments continus polyester de 7.0 dtex a été préparée suivant un procédé "spunbond" sans renforcement par des supports très hauts modules.

10

Le polymère utilisé est un PET 100 % recyclé du type « bottle flakes » (paillettes de bouteilles plastiques recyclées) de qualité Q5.

Ces surfaces ont été liées mécaniquement par aiguilletage à raison de :

15

- 50 perforations/cm²

- 12 mm de pénétration

- à l'aide d'aiguilles 15x18x38 du type « regular barb »

avant d'être thermofixées à 210°C à partir d'une calandre chauffée, puis imprégnées à l'aide d'un mélange variable de carbonate de calcium et du même liant acrylique que l'exemple 1, ceci à une vitesse de 40m/min.

20

Le liant a été séché puis réticulé à une température de 217°C sur un tambour à air traversant de 3,6 m de diamètre.

Le taux d'emport a été ajusté théoriquement à un niveau variable de 21 % à 27 % en sec par rapport au poids du non tissé.

25

Ces essais sont numérotés 1 à 6 dans les tableaux 3 et 4 ci-après.

Le carbonate de Calcium est sous la forme d'une boue liquide ("Slurry") Omyalite 60 de d50 % à 1,5 µm.

30

35

Tableau 3 :

Essai	PET+Résine	Charge Minérale	Masse Surfaique	% Charge	% résine
	g/m ²	g/m ²	g/m ²		
1	230	16	246	5,2	15,5
	232	16	248	5,3	16,0
2	234	31	265	10,6	15,8
	231	31	262	10,2	15,3
3	232	45	277	14,8	14,8
	230	45	275	14,5	14,5
4	204	38	242	18,0	18,0
	204	38	242	18,0	18,0
5	225	30	255	12,5	18,8
	218	29	247	11,7	17,5
6	215	14	229	8,1	24,2
	210	14	224	7,7	23,1

5

Tableaux 4 :

Essai	Epaisseur	Densité	Isotropie Charge Rupt. (SL/ST)	Charge Rupt Moy (SL+ST)	Allong. Rupt. Moy. (SL+ST)
	mm	/	/	N	%
1	1,45	0,170	1	799	32
	1,48	0,168	1,06	779	30
2	1,38	0,192	0,98	814	31
	1,43	0,183	1,1	786	28
3	1,48	0,187	1,07	799	29
	1,50	0,183	1,07	791	30
4	1,17	0,207	1,07	675	34
	1,18	0,205	1,28	676	32
5	1,31	0,195	1,01	715	30
	1,28	0,193	1,18	708	29
6	1,12	0,204	1,15	674	32
	1,13	0,198	1	665	33

Essai	Retrait Libre à 200°C		Fluage 200°C sous 80N	
	% SL	% ST	% SL	% ST
1	-0,7	-0,3	1,7	-2,0
	-0,9	-0,2	1,5	-2,3
2	-1,0	-0,5	1,5	-2,0
	-0,9	-0,4	1,4	-1,8
3	-1,1	-0,3	1,5	-1,7
	-1,1	-0,5	1,6	-1,3
4	-1,0	-0,4	2,7	-2,3
	-1,0	-0,2	2,8	-2,3
5	-1,1	-0,5	2,5	-2,4
	-1,1	-0,4	2,0	-2,1
6	-1,2	-0,5	2,8	-2,5
	-1,2	-0,4	2,4	-2,5

Les propriétés mécaniques ont été modélisées par des polynômes du second ordre sur la base respectivement de la masse en g/m² de l'ensemble non-tissé + résine et de l'apport supplémentaire en filler CaCO₃.

La charge rupture apparaît peu sensible au renforcement en charge minérale mais seulement à la masse de non-tissé +résine. Par contre on note une remarquable amélioration du retrait sous contrainte dans le sens transversal. Ce mécanisme s'explique principalement par le renforcement ainsi que par l'augmentation de la taille des points de liages qui contribuent à la diminution de la déformabilité par l'apport en masse de la charge minérale, sans pour autant apporter des points de cohésion supplémentaires du fait de la très faible taille des particules introduites 10 à 15 fois plus petites que le diamètre des filaments. Ceci se vérifie aussi pour la déformation à froid sous 50N.

Le taux d'emport en résine peut être considérablement diminué sans pour autant sensiblement affecter les propriétés mécaniques et la déformabilité à chaud de la surface ainsi réalisée.

Les figures 6 et 7 illustrent les courbes d'allongement à 50N (FIG. 6) et le fluage (FIG. 7) des produits non-tissés produits selon l'exemple 2 et la figure 8 est une vue photographique en coupe d'un produit non-tissé en accord avec l'exemple 2.

Exemple 3 :

5 Une surface en filaments continus de polyester de 7.0 dtex a été préparée dans les mêmes conditions que l'exemple 2 toujours à partir d'un polymère PET 100 % recyclé « bottle flakes » (paillettes de bouteilles recyclées) de qualité Q5.

10 La liaison par aiguilletage ainsi que la thermo fixation et les conditions d'imprégnation et de séchage/réticulation sont restées similaires à l'exemple précédent.

La masse surfacique de base du non tissé est de 195 g/m². Le taux d'emport a été ajusté théoriquement à un niveau variable de 21 % à 27 % en sec par rapport au poids du non tissé. Ces essais sont numérotés 1 à 4 dans les tableaux 5 et 6 ci-après.

15 Les charges inertes introduites suivant les essais consistent en des mélanges de particules déterminés comme indiqué.

Le carbonate de Calcium est une boue liquide (Slurry) Omyalite 60 de d50 % à 1,5 µm et un Durcal 130 de d50 % à 170 µm.

20 La charge en particules de polyester est réalisée à partir de la récupération de fines de coupes de « bottle flakes » (particules de bouteilles recyclées) tamisée dont le spectre de granulométrie se situe entre 2 et 400 µm.

25 Afin d'éviter la sédimentation des charges minérales de forte granulométrie, un agent thixotrope de mise en suspension été introduit à hauteur de 0,5 % en sec du taux de résine acrylique.

Les fines solides de polyester ont été au préalable lavées et séchées en présence d'un tensio-actif permettant d'éviter leur ré-agglomération dans le liant.

30

35

Tableaux 5 :

Produit Composition en charge			BiMoTiXo001		BiMoTiXo002	
			20 g/m ² Slurry		10+10g/m ² Slurry+Durcall	
Bobine n°			26	27	28	29
Taux Total	(%)		29	27,0	34,5	34,5
Taux résine	(%)		19	18	18	18
Masse résine	(g/m ²)		38	36	36	36
Masse charge	(g/m ²)		19	18	33	33
Masse résine+charge	(g/m ²)		57	54	69	69
Masse PET+résine	(g/m ²)		238	236	236	236
Répartition	(g/m ²)		257	254	269	269
Épaisseur	(mm)		1,48	1,45	1,50	1,51
Densité	/		0,174	0,175	0,179	0,178
Charge rupture	SL	(N)	801	843	816	831
Charge rupture	ST	(N)	721	703	741	740
Isotropie	SL/ST	/	1,09	1,20	1,10	1,12
Charge	L+T/2	(N)	761	773	779	786
Charge pondérée à 230 g/m ²		(N)	737	754	757	764
Allongement	SL	(%)	28,5	29,9	28,2	28,2
Allongement	ST	(%)	29,6	28,9	28,3	29,1

5

10

15

- 27 -

Produit			BiMoTiXo003		BiMoTiXo004	
Composition en charge			20 g/m ² Durcal		12+8 g/m ² Slurry+PET	
Bobine n°			32	33	34	35
Taux Total	(%)		26,5	29,5	25,5	28,5
Taux résine	(%)		17	19	17	19
Masse résine	(g/m ²)		35	39	34	38
Masse charge	(g/m ²)		18	20	17	19
Masse résine+charge	(g/m ²)		53	59	51	57
Masse PET+résine	(g/m ²)		235	239	234	238
Répartition	(g/m ²)		253	259	251	257
Epaisseur	(mm)		1,52	1,54	1,50	1,52
Densité	/		0,166	0,168	0,167	0,169
Charge rupture	SL	(N)	805	814	788	801
Charge rupture	ST	(N)	717	739	712	730
Isotropie	SL/ST	/	1,12	1,10	1,11	1,10
Charge	L+T/2	(N)	761	777	750	766
Charge pondérée à 230 g/m ²		(N)	745	747	738	741
Allongement	SL	(%)	28,0	27,5	28,0	26,6
Allongement	ST	(%)	28,1	30,3	26,3	27,7

5

10

15

- 28 -

Produit		230 THC	
Composition en charge		/	
Bobine n°		16	17
Taux Total	(%)	21,0	23,0
Taux résine	(%)	21	23
Masse résine	(g/m ²)	42	46
Masse charge	(g/m ²)	0	0
Masse résine+charge	(g/m ²)	42	46
Masse PET+résine	(g/m ²)	242	246
Répartition	(g/m ²)	242	246
Epaisseur	(mm)	1,43	1,46
Densité	/	0,169	0,168
Charge rupture	SL (N)	802	822
Charge rupture	ST (N)	750	756
Isotropie	SL/ST /	1,07	1,09
Charge	L+T/2 (N)	776	789
Charge pondérée à 230 g/m ²	(N)	738	738
Allongement	SL (%)	31,2	30,3
Allongement	ST (%)	32,6	31,9

Tableaux 6 :

Dynamométries à chaud 200 °C pondérées à 230 g/m²

Produit	BiMoTiXo001		BiMoTiXo002	
	20 g/m ² Slurry		10+10g/m ² Slurry+Durcall	
Bobine n°	26	27	28	29
Masse PET+résine	(g/m ²)	238	236	236
Allongement à 10 N	SL (%)	0,72	0,66	0,68
Allongement à 50 N	SL (%)	3,6	3,3	3,4
Allongement à 80 N	SL (%)	6,0	5,5	5,7
Allongement à 100 N	SL (%)	7,8	6,9	7,1

- 29 -

Produit	BiMoTiXo003		BiMoTiXo004	
	20 g/m ² Durcal		12+8 g/m ² Slurry+PET	
Bobine n°	32	33	34	35
Masse PET+résine (g/m ²)	235	239	234	238
Allongement à 10 N SL (%)	0,63	0,64	0,66	0,63
Allongement à 50 N SL (%)	3,2	3,2	3,3	3,2
Allongement à 80 N SL (%)	5,2	5,4	5,5	5,2
Allongement à 100 N SL (%)	6,5	6,6	6,9	6,5

Produit	230 THC	
	/	
Bobine n°	16	17
Masse PET+résine (g/m ²)	242	246
Allongement à 10 N SL (%)	0,68	0,67
Allongement à 50 N SL (%)	3,4	3,3
Allongement à 80 N SL (%)	5,7	5,6
Allongement à 100 N SL (%)	7,1	6,8

5 Il apparait que l'introduction de charges minérales ou polymériques permet de diminuer le taux d'emport en résine tout en maintenant ou améliorant les propriétés mécaniques ou de stabilité dimensionnelles.

10 Un mélange de deux granulométries s'avère être supérieure en charge rupture à l'utilisation d'une seule population en faible granulométrie ainsi qu'en comparaison du produit sans charges, et ceci avec des taux d'emport en résine sensiblement plus faibles.

Les pontages en grosses particules dans les plans XY et Z permettent de découpler les propriétés de stabilité à épaisseur augmentée souvent recherchées.

15 Les figures 9 et 10 sont des vues photographiques prises au microscope électronique, avec des grossissements différents, illustrant les pontages obtenus avec les grosses particules et la taille relative de ces dernières par rapport aux filaments et aux pores du non-tissé.

20

Exemple 4 :

5 Des surfaces de non-tissés composés de fibres courtes de polyester de 6,5 dtex de masses surfaciques de l'ordre 110 g/m² et 120 g/m² ont été préparées selon un procédé par voie sèche. Elles ont fait l'objet d'un renforcement par des fils de verre de 68 Tex introduits au centre de la nappe suivant les procédés décrits par document FR 88 16711.

10 Plusieurs échantillons de ces surfaces ont été ensuite repris et imprégnés plein bain à l'aide d'un liant composé de 70 % d'une résine acrylique et de 30 % d'une mélamine en dilution dans l'eau à 77,5 % à une vitesse de 2,5 m/min. Le liant a été séché puis réticulé dans un four à une température de 215°C pendant 3 minutes.

15 Le taux d'emport a été ajusté de telle sorte qu'il se situe théoriquement dans un domaine de 22 à 24 % en sec par rapport au poids initial du non tissé. L'exprimage est réalisé par un foulard à 3,5 bars de pression de serrage pour l'ensemble des essais.

20 En essais comparatifs, ce même liant a fait l'objet de l'ajout de 25 % en sec de la résine d'une charge particulière sous forme de Carbonate de Calcium de granulométrie moyenne d50 % à 130 µm ou de polyéthylène micronisé de granulométrie de 100 µm à 300 µm.

Le traitement de ces essais comparatifs est similaire au témoin sans charge additionnelle.

25 Le comportement longitudinal de la surface finale a été testé à froid et à chaud à une température de 180°C.

Les résultats obtenus par ces essais figurent dans les tableaux 7 et 8 suivants :

30

35

Tableau 7 :

Tests à froid		Témoin	Carb Calc	PE micro
Masse surfacique	g/m ²	147	138	140
Epaisseur	mm	1,67	1,46	1,46
Densité	/	0,088	0,094	0,096
Charge Rupture - Fils de verre - SL	N/50mm	387	371	358
Allongement Rupture - Fils de verre- SL	%	3,5	3,2	3,3
Charge / 2% élongation - SL	N/50mm	216	240	227
Ténacité Normée	daN/50mm/gm ²	0,26	0,27	0,26
Charge rupture SL	N/50mm	189	177	190
Allongement rupture - SL	%	20,0	21,9	21,1
Energie rupture - SL	J/mm ³	0,41	0,48	0,49
Module de Young E	MPa	151	172	169

5

Tableau 8 :

Tests à Chaud 180°C		Témoin	Carb Calc	PE micro
Masse surfacique	g/m ²	141	140	133
Charge Rupture - Fils de verre - SL	N/50mm	95	80	89
Allongement Rupture - Fils de verre- SL	%	2,2	2,0	2,2
Déformation @ 50 N	%	1,11	1,05	1,16
Déformation @ 80 N	%	1,69	1,83	1,86
Ténacité Normée	daN/50mm/gm ²	0,07	0,06	0,07
Charge rupture SL	N/50mm	67	68	73
Allongement rupture - SL	%	95,5	92,6	65,5
Module de Young E	MPa	62	63	64

On note une excellente synergie des charges minérales ou organiques avec les filaments de verre de renforcement, ainsi qu'une amélioration sensible du module tant à froid que sous 180°C par rapport au témoin.

Malgré une masse surfacique plus faible pour les produits chargés, l'énergie de rupture et la déformabilité apparaissent comme identiques, voire meilleures.

De surcroît, pour les mêmes conditions opératoires, les charges introduites permettent d'obtenir une épaisseur du produit plus faible liée à une moindre relaxation du réseau. Les charges de polyéthylène permettent d'emprisonner ponctuellement de nombreux filaments modifiant ainsi très sensiblement le comportement mécanique en déformation à chaud du réseau fibreux malgré leur introduction dans un liant réticulable.

- 32 -

Ces charges permettent aussi de découpler les propriétés physico-mécaniques de la structure du non-tissé, sans pour autant perdre en stabilité dimensionnelle dans les domaines recherchés.

5 La figure 11 représente sous forme de courbes les résultats des essais de dynamométrie à chaud (courbes déformation / charge) ressortant également du tableau 8 et la figure 12 est une vue photographique au microscope électronique d'un échantillon selon l'exemple 4 illustrant les sites de pontage résultant de la présence des grosses particules (charges polyéthylène + liant acrylique après réticulation).

10 Bien entendu, l'invention n'est pas limitée aux modes de réalisation décrits et représentés aux dessins annexés. Des modifications restent possibles, notamment du point de vue de la constitution des divers éléments ou par substitution d'équivalents techniques, sans sortir pour autant du domaine de protection de l'invention.

- 33 -

REVENDICATIONS

1) Un produit non-tissé souple, de densité inférieure à 1 g/cm³ et formé d'au moins deux couches de fibres ou de filaments synthétiques superposées dans une direction Z perpendiculaire à un plan XY dudit produit, ayant subi au moins une opération d'aiguilletage mécanique ou hydraulique, ledit produit non-tissé intégrant en outre des charges particulières sous forme de particules rigides distribuées de manière monomodale ou multimodale dans le produit et au moins partiellement enrobées ou encapsulées par un matériau liant apte à fournir des points de contact entre les filaments ou fibres entre eux (elles), les propriétés physiques et mécaniques du produit non-tissé souple étant affectée par la taille et le nombre des points de contact et le matériau liant,

les particules rigides, comprenant des particules minérales, une densité particulaire des particules minérales étant comprise entre 1,6 et 4,2 g/cm³,

le produit non-tissé souple étant adapté pour être un renfort pour membranes d'étanchéité, le produit non-tissé souple assurant la stabilité mécanique et thermique lors des traitements thermiques et la résistance en tant que renfort pour membrane d'étanchéité,

où au moins une population ou fraction des particules rigides, dites "grosses particules", présente une taille telle que :

$$3 \times (\sqrt{SMf})^3 \leq v, \text{ ou}$$

$$5 \times (\sqrt{SMf})^3 \leq v,$$

où SMf correspond à une section moyenne des fibres ou filaments formant les couches du produit non-tissé et v représente un volume individuel moyen des particules organiques ou minérales, et

le volume individuel moyen vérifie les inégalités suivantes de :

- 34 -

$$v \leq 50 \times (\sqrt{SMf})^3, \text{ ou}$$

$$v \leq 30 \times (\sqrt{SMf})^3.$$

2) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les grosses particules constituent une fraction majoritaire, en termes de masse ou de volume, des charges particulières présentes dans le produit non-tissé et réalisent des pontages ou des connexions entre des nœuds, mailles, fibres et filaments d'une même couche et entre des couches superposées formant le produit non-tissé.

3) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les grosses particules présentent au moins une dimension d telle que $d \geq 3 \times DMf$, ou $d \geq 5 \times DMf$, où DMf correspond à un diamètre moyen des fibres ou filaments formant les couches du produit non-tissé.

4) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les grosses particules présentent une taille moyenne correspondant à au moins 20 % d'une taille moyenne des pores des couches du produit non-tissé selon la direction Z perpendiculaire au plan XY du produit non-tissé.

5) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les grosses particules présentent une granulométrie moyenne qui est supérieure à environ $50 \mu\text{m}$.

6) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les grosses particules présentent une taille moyenne inférieure à environ 120 % d'une taille moyenne des pores apparents des couches du produit non-tissé vues selon la direction Z perpendiculaire au plan XY dudit produit.

7) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les grosses particules font état d'une granulométrie moyenne inférieure à environ $400 \mu\text{m}$.

- 35 -

8) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les charges particulières rigides comprennent également une population ou fraction de particules dont la granulométrie est inférieure à 30 µm.

9) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les charges particulières rigides sont présentes avec un taux pondéral compris entre 1 % et 30 % d'un poids des fibres ou filaments formant les couches du produit non-tissé.

10) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que du ou des matériau(x) formant les particules rigides a (ont) une température de fusion supérieure à celle du ou des matériaux formant les fibres ou filaments des couches, ou à une température d'activation, de réticulation ou de séchage du liant.

11) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les particules rigides comprennent par ailleurs des particules organiques et qu'une température de fusion des particules organiques est inférieure à celle des fibres ou filaments ou inférieure ou supérieure à une température de thermofixation, de séchage, d'activation ou de réticulation du matériau formant le liant.

12) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les particules rigides formant les charges comprennent par ailleurs les particules organiques présentant une granulométrie supérieure à 20 µm.

13) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'une partie des particules rigides formant les charges sont des particules expansibles avec une température.

14) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les fibres ou filaments continus formant les couches du produit non-tissé sont à base d'un matériau polymère thermoplastique choisi dans le groupe constitué de polypropylènes, de polyesters, de polyamides, de polyéthylènes, de

- 36 -

copolymères de ces différents polymères et de mélanges possibles de ces différents polymères et copolymères.

15) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le produit non-tissé intègre, éventuellement au niveau de ou entre deux ou plusieurs couches constitutives, des structures de renfort sous forme de filaments, de grille(s) et/ou de textile à caractéristiques de stabilisation élevées, caractérisé en ce que les particules rigides qui sont au moins partiellement enrobées ou encapsulées par le liant établissent des liaisons rigides ou réalisent des pontages entre les structures de renfort et les filaments ou fibres des couches par l'intermédiaire dudit liant.

16) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'au moins un matériau formant les particules minérales est choisi dans le groupe constitué de carbonates, de silicates, de sulfates, de carbonate de calcium, d'hydroxyde de magnésium, d'hydroxyde d'aluminium, de sulfate de baryum, d'argile, de kaolin, de quartz, de talc, d'oxydes, d'hydroxydes, d'oxyde de titane, de bauxite et de gibbsite.

17) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que des particules rigides comprennent par ailleurs des particules organiques, et qu'au moins un matériau formant les particules organiques est choisi dans le groupe constitué de celluloses, fibreuses ou particulières, de bois, de lignine, de graphites, de polymères recyclés thermdurcissables micronisés, d'époxy et de résine de phénol-formaldéhyde thermdurcissable, de polymères thermoplastiques micronisés, de PET (polyéthylène téréphtalate), de PBT (polybutylène téréphtalate), de PP (polypropylène), de PE (polyéthylène), de PA (polyamide) et de leurs copolymères.

18) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le matériau formant le liant est choisi dans le groupe constitué de résines avec ou sans formaldéhyde, de résines liquides en émulsion ou en dispersion, d'acrylate, de styrol-acrylate, de vinyl-acétate, de méthacrylate, de vinyl-acrylate, d'acrylamides, de méthyl-acrylamides, d'éthyl-vinyl-acétate, de

- 37 -

styrol-butadiène, de vinyl-alcool, de butadiène-acrylate, de polyuréthane, de silicone, et de résines réticulantes, à base de phénol, de mélamine, d'urée, d'époxy, d'alkyde et de polyester.

19) Un renfort non-tissé souple pour membranes d'étanchéité comprenant :

au moins deux couches de fibres ou de filaments synthétiques superposées dans une direction Z perpendiculaire à un plan XY dudit produit, ayant subi au moins une opération d'aiguilletage mécanique ou hydraulique, ledit produit non-tissé intégrant en outre des charges particulières sous forme de particules rigides distribuées de manière monomodale ou multimodale dans le produit et étant au moins partiellement enrobé ou encapsulé par un matériau liant apte à fournir des points de contact entre les filaments ou fibres entre eux (elles), les propriétés physiques et mécaniques du produit non-tissé souple étant affectée par la taille et le nombre des points de contact et le matériau liant,

lequel produit non-tissé souple assure la stabilité mécanique et thermique lors de traitements thermiques et la résistance en tant que renfort pour membrane d'étanchéité,

le produit non-tissé souple a une densité de renfort qui est inférieure à 1 g/cm³,

si les particules sont des particules organiques, une densité particulière des particules organiques étant comprise entre 0,8 et 1,4 g/cm³,

si les particules sont des particules minérales, une densité particulière des particules minérales étant comprise entre 1,6 et 4,2 g/cm³,

au moins une population ou fraction des particules présente une taille telle que :

$$5 \times (\sqrt{SMf})^3 \leq v,$$

où SMf correspond à une section moyenne des fibres ou filaments formant les couches du produit non-tissé, et v représente un volume individuel moyen des particules organiques ou minérales, et

le volume individuel moyen vérifie les inégalités suivantes de :

$$v \leq 30 \times (\sqrt{SMf})^3, \text{ ou}$$

- 38 -

$$v \leq 50 \times (\sqrt{SMf})^3.$$

20) Le produit non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les particules rigides comprennent par ailleurs des particules organiques, et une densité des particules organiques est comprise entre 0,8 et 1,4 g/cm³.

1/7
REPLACEMENT SHEET

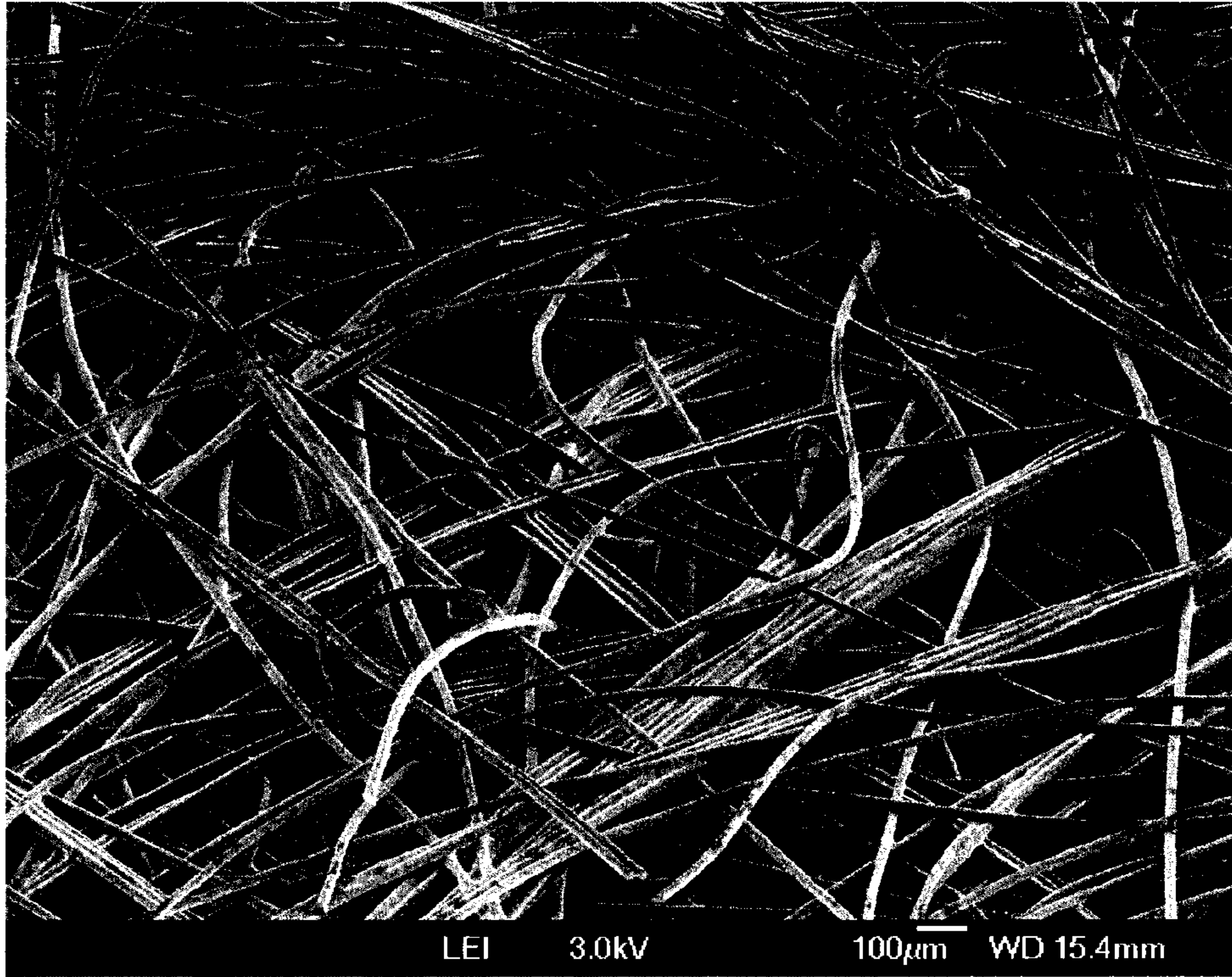


Fig. 1

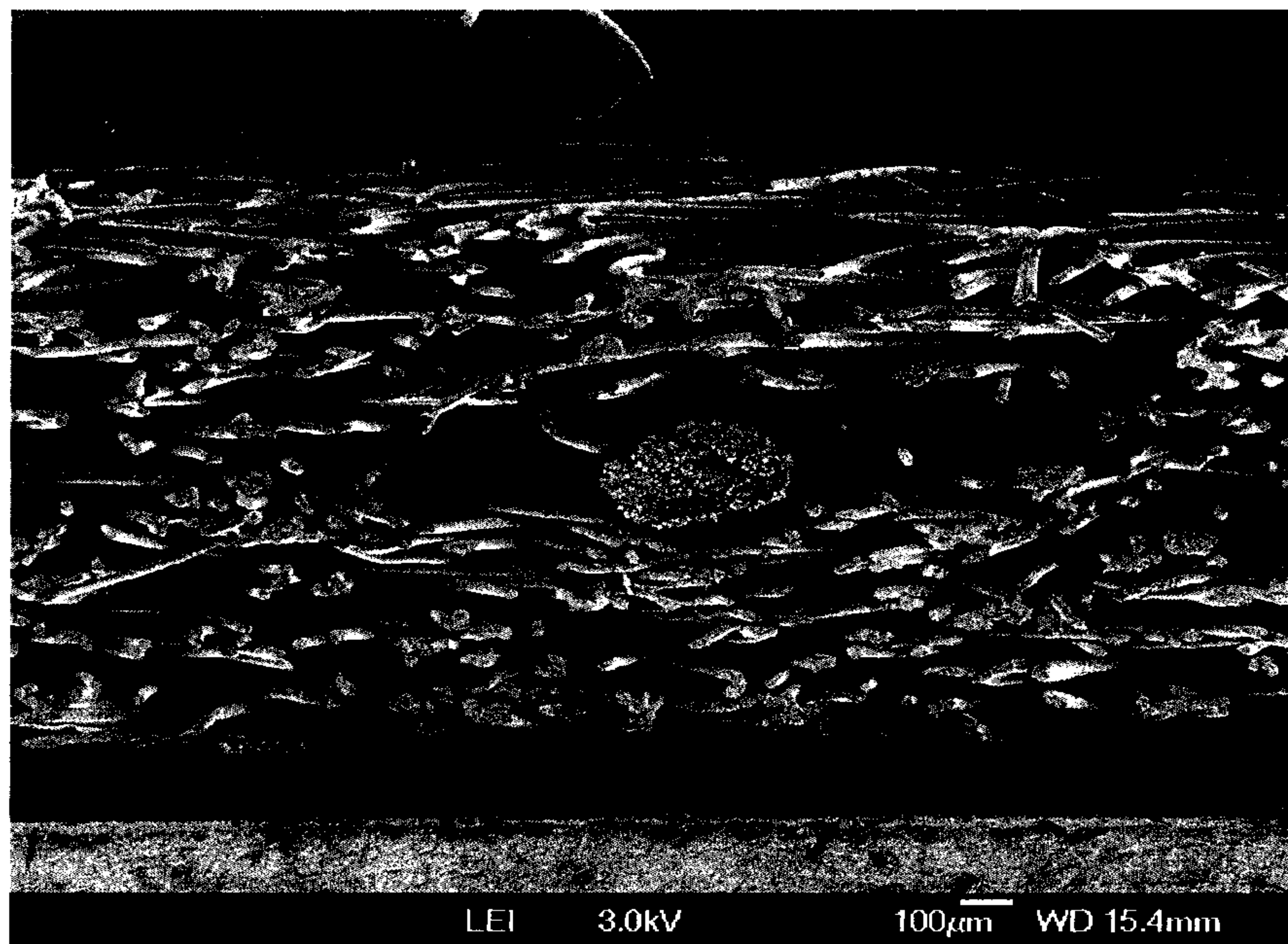


Fig. 2

26014993.1

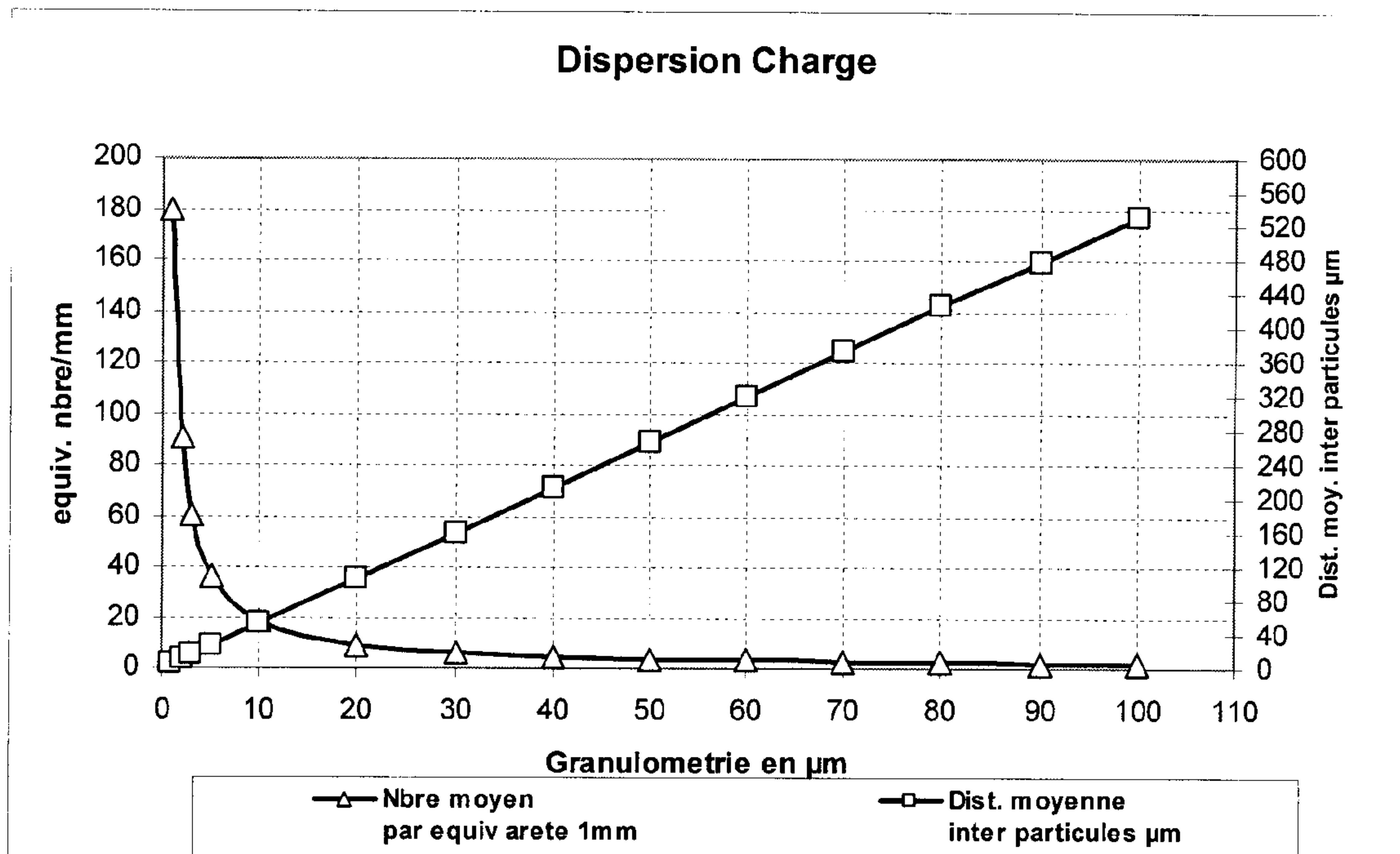


FIG. 3A

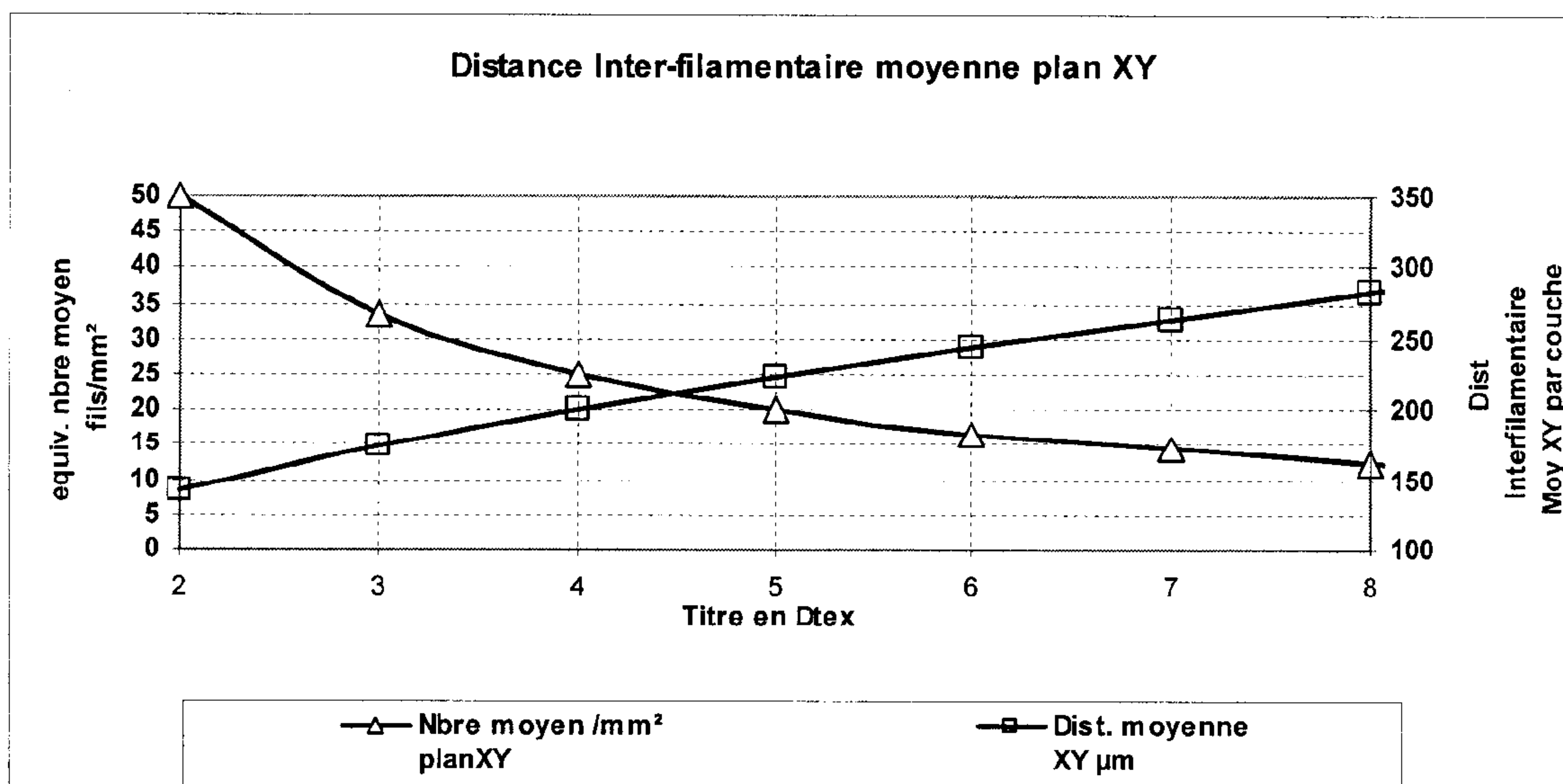


FIG. 3B

Charge Rupture Moyenne
Pression=200,0bars

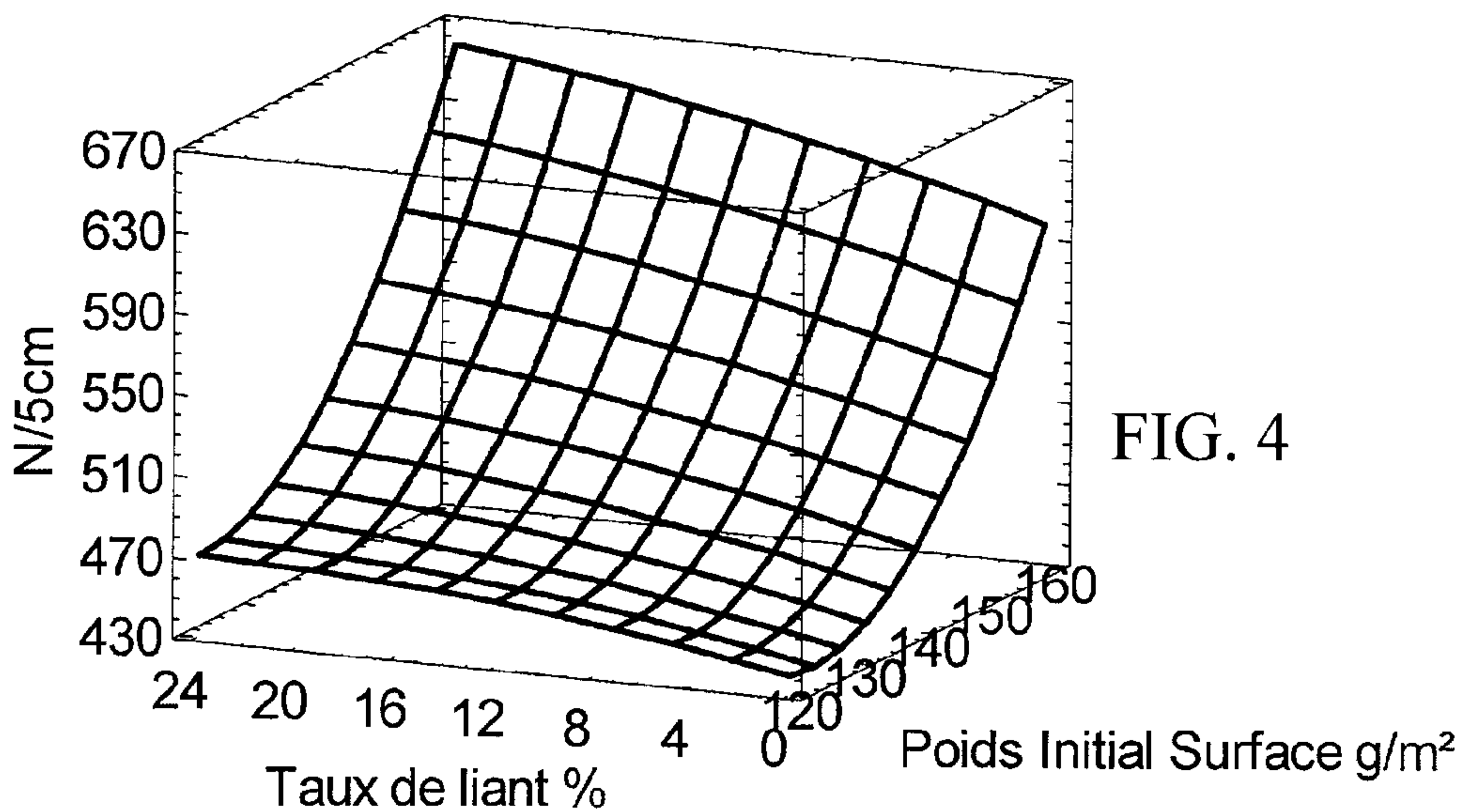


FIG. 4

Allongement Rupture
Pression=170,0bars

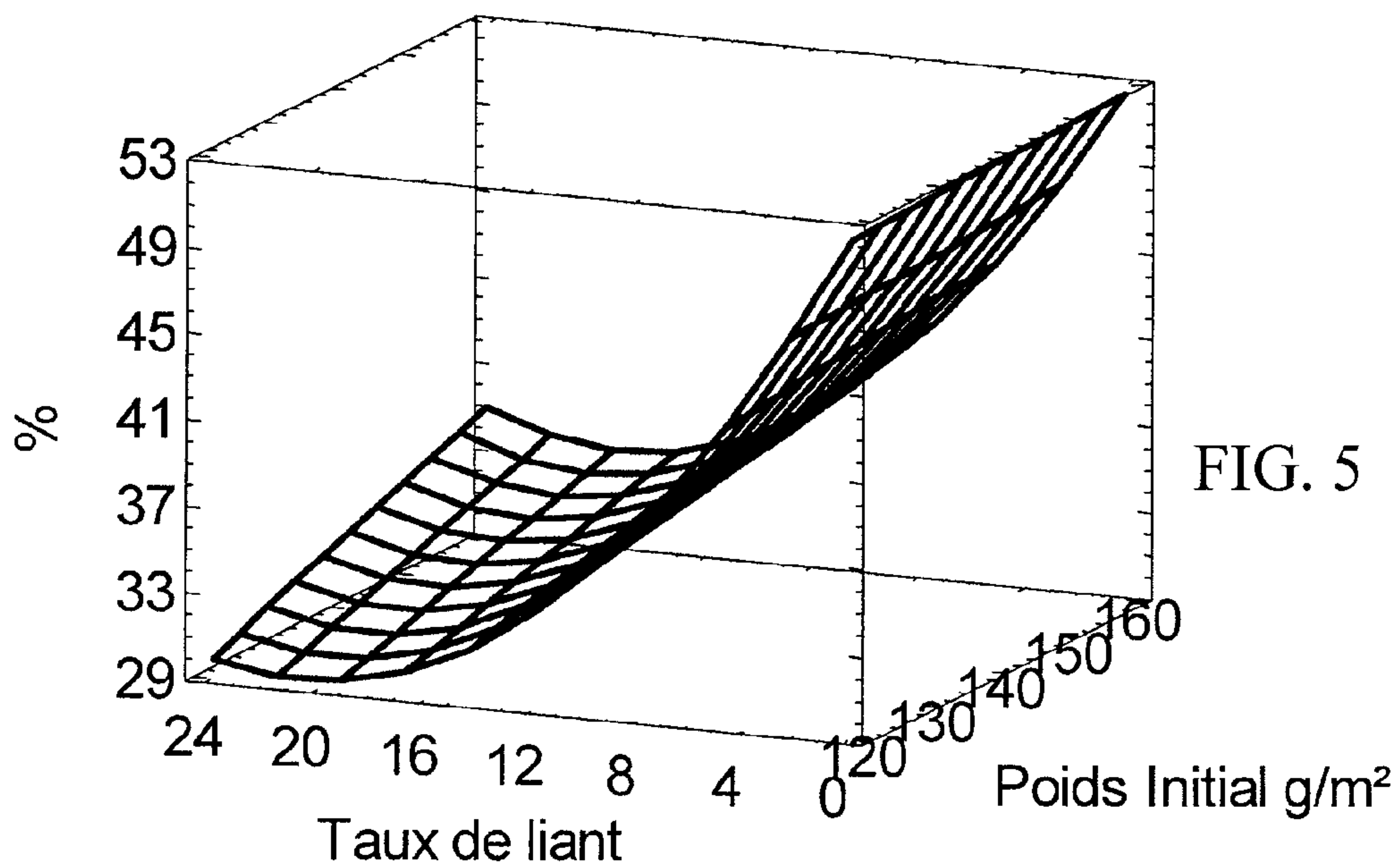


FIG. 5

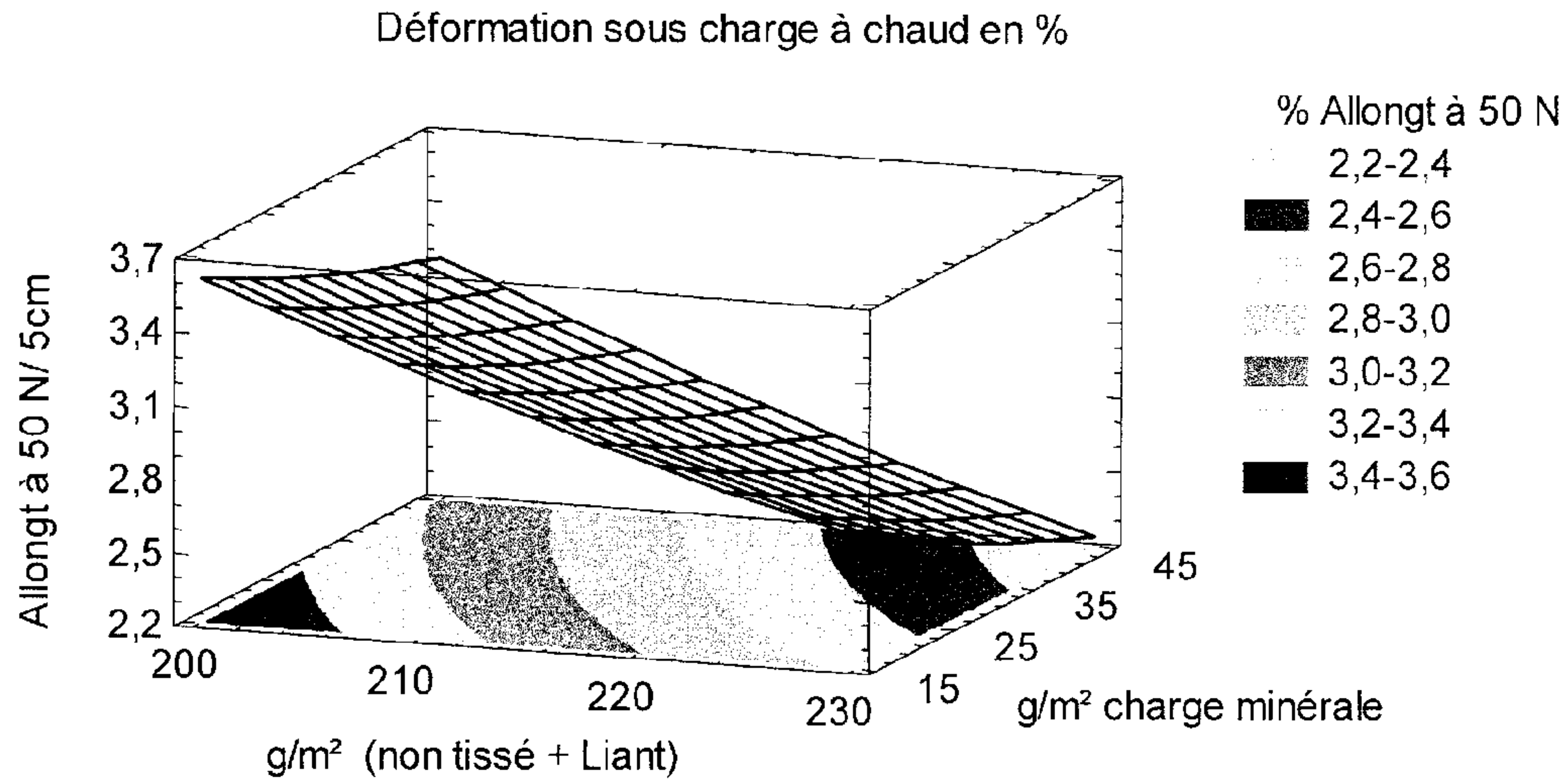


Fig. 6

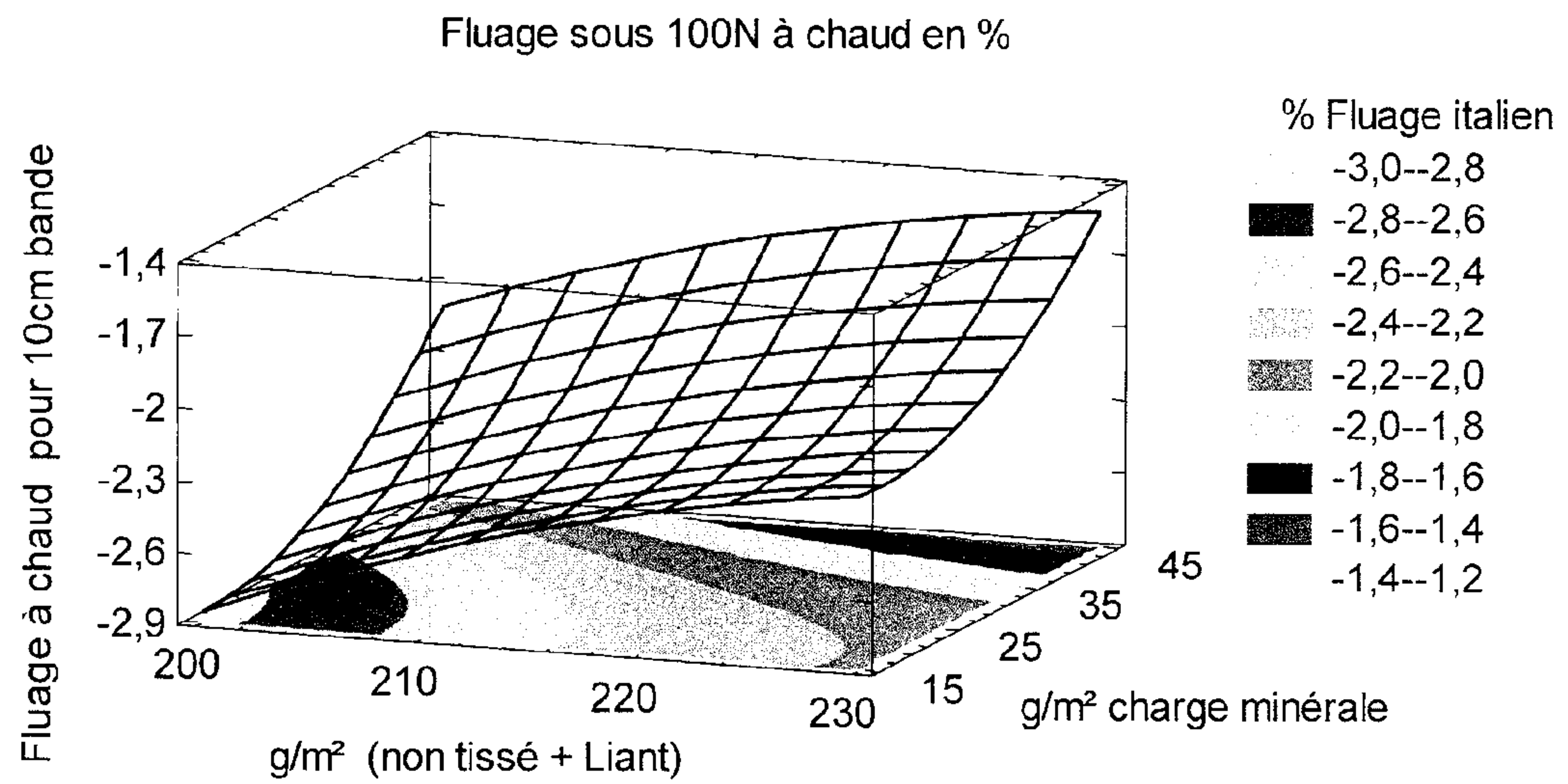


Fig. 7

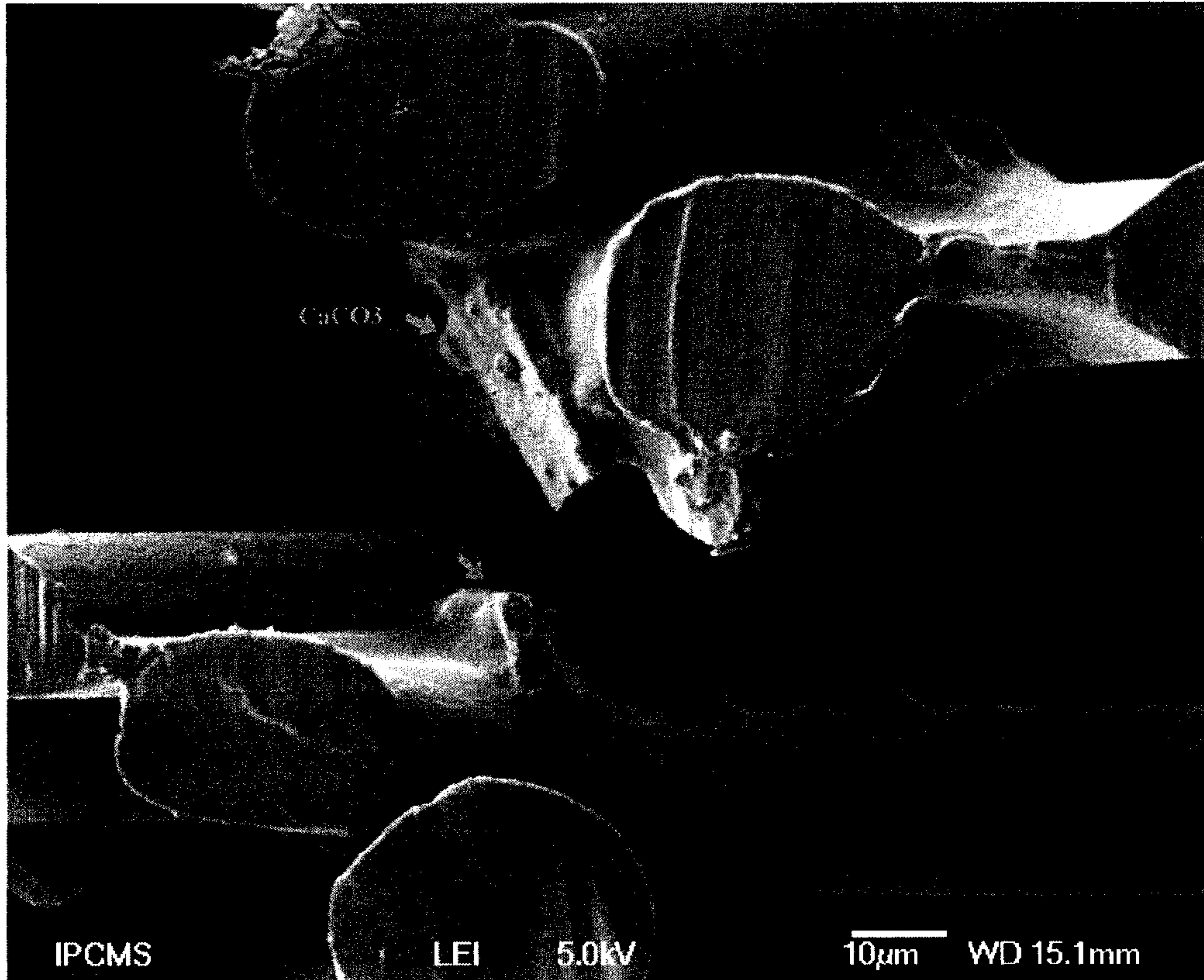


Fig. 8

REPLACEMENT SHEET

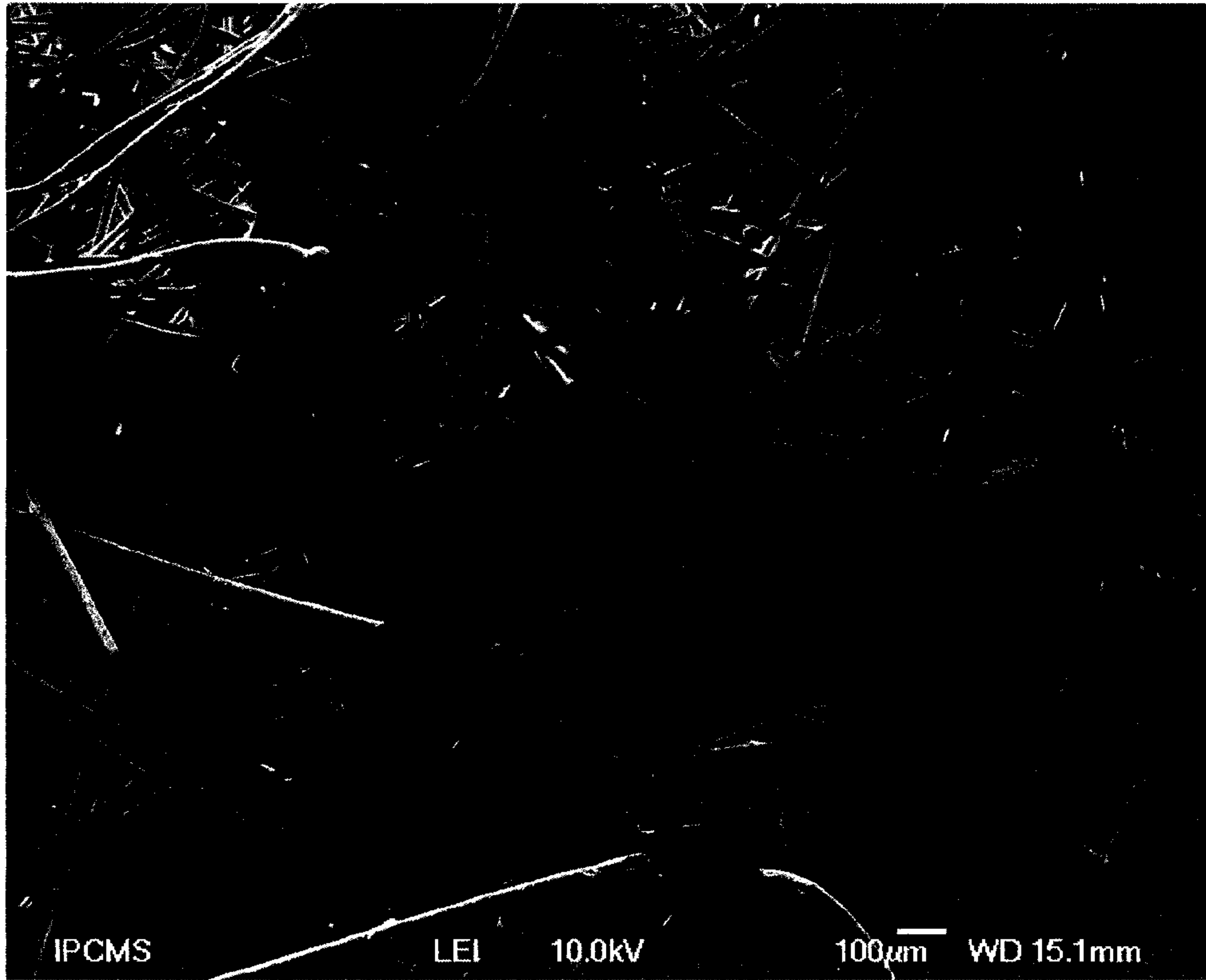


Fig. 9

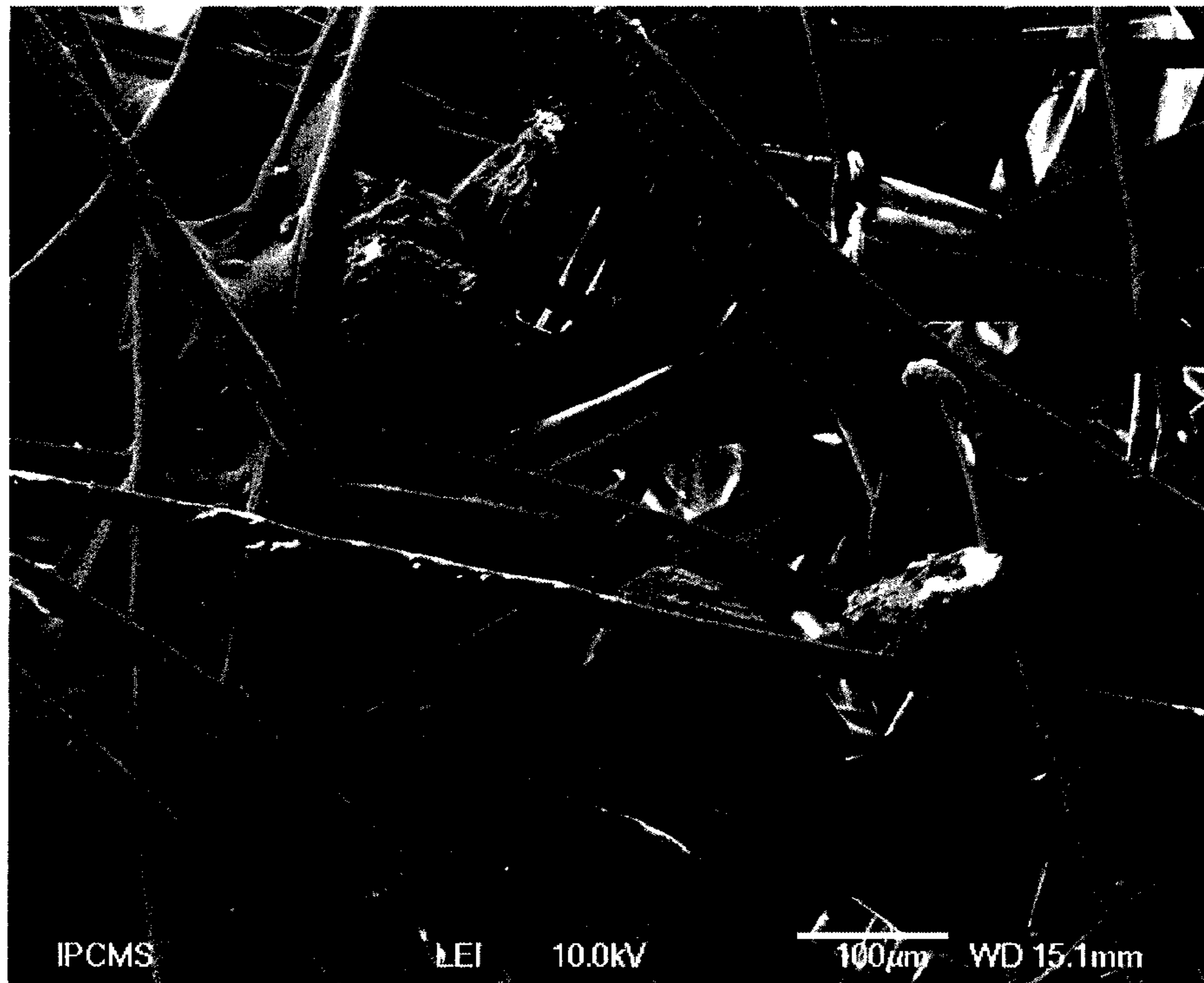


Fig. 10

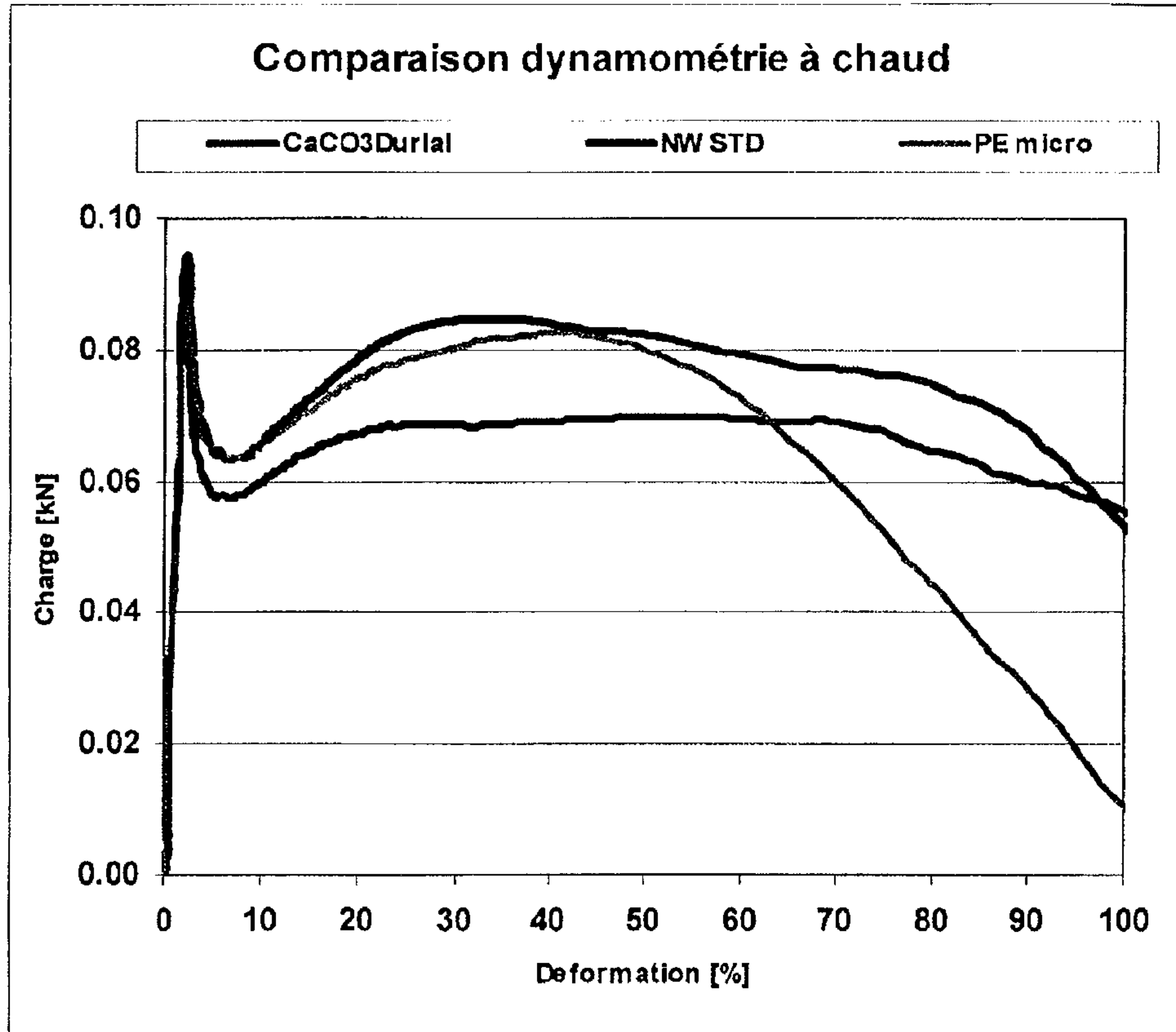


Fig. 11

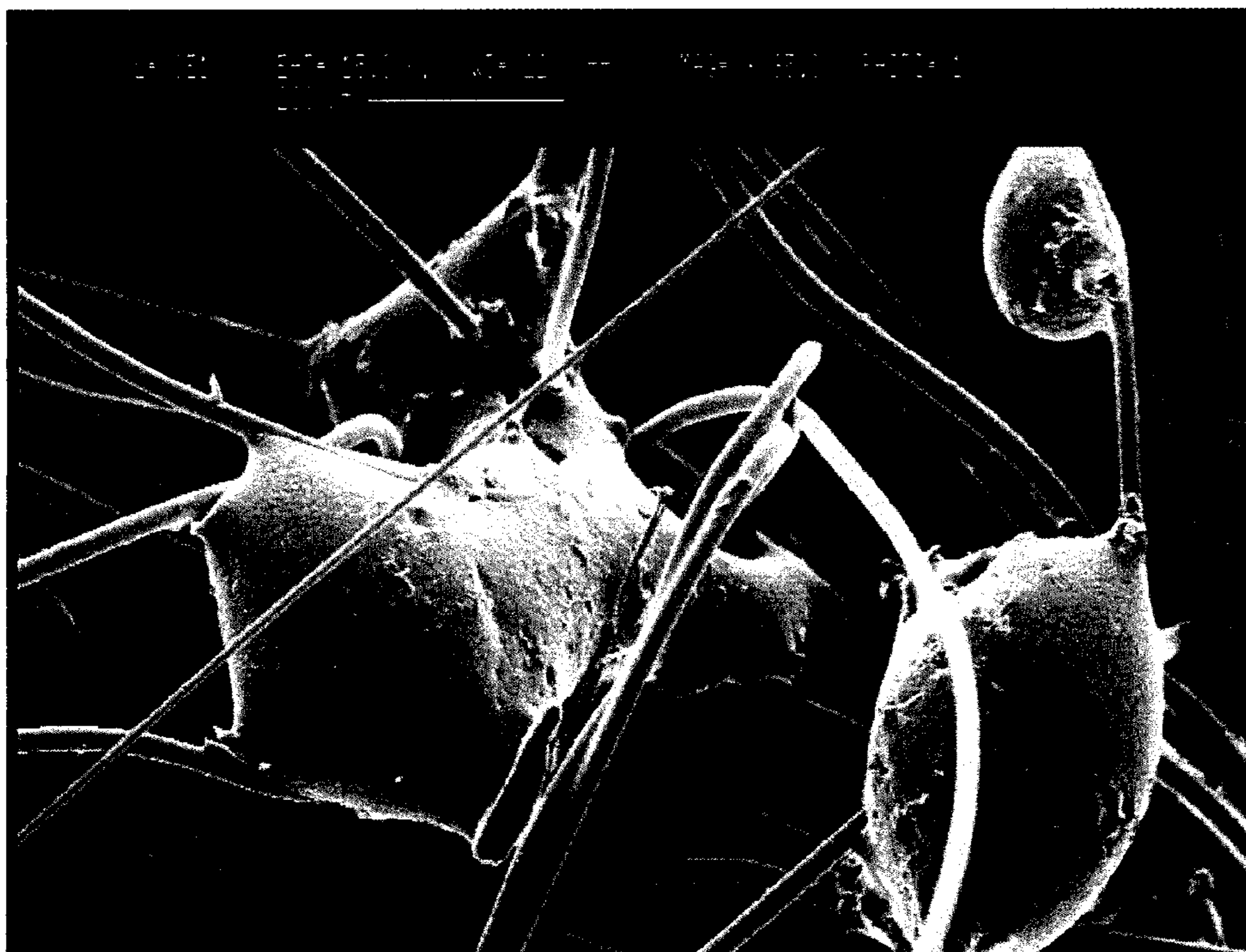


Fig. 12

