

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication : **2 995 311**

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **13 58782**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **C 08 G 64/42 (2013.01), C 08 L 69/00, C 08 K 5/41, 5/13, 5/092, 5/51**

⑫ **DEMANDE DE CERTIFICAT D'UTILITE**

**A3**

②2 **Date de dépôt** : 12.09.13.

③0 **Priorité** : 13.09.12 US 61700567.

④3 **Date de mise à la disposition du public de la demande** : 14.03.14 Bulletin 14/11.

⑤6 **Les certificats d'utilité ne sont pas soumis à la procédure de rapport de recherche.**

⑥0 **Références à d'autres documents nationaux apparentés** :

⑦1 **Demandeur(s)** : PTT GLOBAL CHEMICAL PUBLIC COMPANY LIMITED — TH.

⑦2 **Inventeur(s)** : THONGPRACHAN NAPAWON, PHE-TRAK NARÉD, EUAPERMKIATI ANUCHA et CHAN-DAVASU CHAYA.

⑦3 **Titulaire(s)** : PTT GLOBAL CHEMICAL PUBLIC COMPANY LIMITED.

⑦4 **Mandataire(s)** : ERNEST GUTMANN - YVES PLAS-SERAUD SAS.

⑤4 **COMPOSITION DE CARBONATE DE POLYALKYLENE A STABILITE THERMIQUE AMELIOREE ET PROCEDE DE PREPARATION.**

⑤7 La présente invention se rapporte à une composition de poly (carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée et à un procédé de préparation de celle-ci. La composition de poly (carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée comprend un ou plusieurs agent (s) de coiffage d'extrémité et un ou plusieurs antioxydant (s). La composition a une température de décomposition thermique dans une plage entre 250 et 320 °C.

FR 2 995 311 - A3





fondu et une transparence excellentes. Cependant, l'un des inconvénients des polymères de PEC et PPC est leur mauvaise aptitude au traitement thermique, qui limite leurs plages d'application. Les PAC, incluant le PEC ou le PPC, ont une plage  
5 de température de décomposition thermique basse de 200 à 250°C, résultant en une plage de traitement étroite. Donc, une amélioration de la stabilité thermique des PAC incluant le PEC et le PPC est souhaitable afin d'élargir leurs applications.

10 La décomposition thermique des PAC se fait principalement par l'intermédiaire de deux mécanismes ; le transfert de chaîne intramoléculaire et la scission de chaîne. À une température de traitement inférieure à 200°C, un transfert de chaîne intramoléculaire par le groupe hydroxyle terminal a lieu et  
15 conduit ensuite à une thermolyse du squelette de PAC de manière convergente. Le produit principal résultant est un carbonate cyclique qui devient un plastifiant faisant que des granulés de polymère se collent ensemble et sont très difficiles à séparer. À une température de traitement élevée (> 200°C), des scissions  
20 de chaîne déclenchées par un processus radicalaire sont lancées de façon irréversible, qui résultent en une décomposition aléatoire dans la chaîne de PAC. Cependant, le mécanisme de détérioration radicalaire n'a pas été bien établi.

25 Afin d'améliorer la stabilité thermique, le transfert de chaîne intramoléculaire et la scission de chaîne doivent être tous les deux empêchés. Plusieurs approches pour améliorer la stabilité thermique des PAC ont été proposées. Par exemple :

30 Le Brevet U.S. n° 4,066,630, le Brevet U.S. n° 4,104,264 et le Brevet U.S. n° 4,145,525 proposaient des polycarbonates, du type formé par réaction d'un 1,2-monoépoxyde aliphatique ou

cycloaliphatique avec du dioxyde de carbone et ayant des unités sensiblement alternées d'époxyde et de dioxyde de carbone, qui sont améliorés en termes de stabilité thermique en faisant réagir les groupes hydroxyle libres sur ceux-ci avec un composé  
5 organique réagissant avec l'hydroxyle, un composé de soufre réagissant avec l'hydroxyle, et un composé de phosphore réagissant avec l'hydroxyle, respectivement.

Le document JP11263904A proposait des composés ou des  
10 capteurs de radicaux réagissant avec un peroxy pour inhiber un processus aléatoire de scission de chaîne, spécifiquement une composition de résine de poly(carbonate d'alkylène) composée d'une résine de poly(carbonate d'alkylène) et d'un stabilisant thermique choisi parmi un groupe consistant en un composé  
15 contenant dans une molécule au moins deux espèces choisies parmi le soufre, le phosphore et un groupe hydroxyle phénolique, un phosphite de triaryle contenant au moins un groupe phényle substitué par un substituant ayant au moins cinq carbones, et un composé contenant un groupe aryle substitué au moins par un  
20 groupe hydroxyle et ayant une structure ester.

Cependant, il subsiste un besoin d'une autre solution qui propose un poly(carbonate d'alkylène), qui possède une propriété avantageuse telle qu'une stabilité thermique améliorée par  
25 rapport à ceux connus dans la technique afin d'élargir la fenêtre de traitement et d'application de ce polymère.

#### RESUME DE L'INVENTION

Sous un premier aspect de l'invention, la présente  
30 invention propose une composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée. Dans un mode de réalisation, la

composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée comprend un ou plusieurs poly(carbonates d'alkylène), un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité et un ou plusieurs antioxydants. La composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée selon cette invention a une température de décomposition dans la plage d'environ 250 à 320°C.

Le poly(carbonate d'alkylène) peut être choisi parmi un poly(carbonate d'éthylène), un poly(carbonate de propylène) ou des mélanges de ceux-ci.

L'agent de coiffage d'extrémité est un composé réagissant avec un hydroxyle avec une molécule de grande taille. À titre d'exemple de mode de réalisation, l'agent de coiffage d'extrémité est choisi parmi un anhydride aromatique, un chlorure d'acyle aromatique, un chlorure de sulfonyle aromatique ou un isocyanate aromatique ou de quelconques combinaisons de ceux-ci. Préféablement, l'agent de coiffage d'extrémité est choisi parmi un anhydride phtalique, un chlorure de benzoyle, un chlorure de biphenyl-4-sulfonyle, un isocyanate de phényle ou de quelconques combinaisons de ceux-ci.

L'antioxydant est choisi parmi un ou plusieurs composé(s) parmi un phénol encombré ou un phosphite ou de quelconques combinaisons de ceux-ci. Préféablement, l'antioxydant est choisi parmi des composés qui sont compatibles avec un poly(carbonate d'alkylène).

Préféablement, un rapport en poids du poly(carbonate d'alkylène) sur l'agent de coiffage d'extrémité est dans une plage de 100 à 0,5-2. Plus préféablement, le rapport en poids

du poly(carbonate d'alkylène) sur l'agent de coiffage d'extrémité est 100 à 1. Et un rapport en poids du poly(carbonate d'alkylène) sur l'antioxydant est dans une plage de 100 à 0,2-1. Plus préférablement, le rapport en poids du poly(carbonate d'alkylène) sur l'antioxydant est 100 à 0,6.

En outre, dans un autre mode de réalisation, la composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée comprend en outre un additif ou une combinaison de ceux-ci, tel qu'un plastifiant, un lubrifiant, un modificateur de surface, un agent antiblocage, un agent de renfort, une charge inorganique ou un pigment.

Selon un autre aspect, l'invention propose un procédé de préparation d'une composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée. Dans un mode de réalisation, le procédé de préparation de la composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée comprend les étapes d'ajout d'un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité à un poly(carbonate d'alkylène) ; et d'ajout d'un ou plusieurs antioxydant(s) à un poly(carbonate d'alkylène). La composition de poly(carbonate d'alkylène) préparée selon le procédé de cette invention a une température de décomposition dans une plage d'environ 250 à 320°C. Dans un autre mode de réalisation, le procédé de préparation de la composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée comprend en outre une étape d'ajout d'un additif ou d'une combinaison d'additifs. L'additif peut être choisi parmi un plastifiant, un lubrifiant, un modificateur de surface, un agent antiblocage, un agent de renfort, une charge inorganique ou un pigment.

Le procédé de préparation de la composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée de cette invention peut être mis en œuvre dans un système avec solvant ou sans solvant, le système avec solvant comme un mélange en solution et le système sans solvant comme un mélange à l'état fondu.

#### BREVE DESCRIPTION DES DESSINS

La Figure 1 montre les températures de décomposition thermique (Td) des échantillons constitués d'un PEC comparatif et des compositions de PEC selon cette invention.

La Figure 2 montre les températures de décomposition thermique (Td) des échantillons constitués d'un PPC comparatif et des compositions de PPC selon cette invention.

#### DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

Dans la description qui suit, référence est faite à titre d'illustration à des exemples de modes de réalisation spécifiques dans lesquels les présents enseignements peuvent être mis en pratique. Ces modes de réalisation sont décrits suffisamment en détails pour permettre à l'homme du métier de mettre en pratique les présents enseignements et il doit être entendu que d'autres modes de réalisation peuvent être utilisés et que des changements peuvent être apportés sans se départir de la portée des présents enseignements. La description qui suit n'est donc qu'un exemple.

Les termes techniques et les termes scientifiques utilisés ici ont des définitions telles que comprises par l'homme du métier, sauf indication contraire.

5 L'utilisation d'un nom ou d'un pronom au singulier, lorsqu'il est utilisé avec le terme « comprenant » dans les revendications et/ou la spécification, signifie « un(e) », et inclut également « un(e) ou plusieurs », « au moins un(e) » et « un(e) ou plus d'un(e) ».

10

Dans toute cette demande, le terme « environ » utilisé pour identifier de quelconques valeurs montrées ou apparaissant ici peut indiquer une variation ou un écart. La variation ou l'écart peut être causé(e) par des erreurs des dispositifs et des  
15 procédés utilisés pour déterminer diverses valeurs.

Les termes « comprendre », « avoir », et « inclure » sont des verbes de liaison ouverts. Une ou plusieurs forme(s) de ces verbes telle(s) que « comprennent », « qui comprennent »,  
20 « ont », « qui ont », « incluent », « qui incluent » sont également ouvertes. Par exemple, de quelconques procédés, qui « comprennent », « ont », ou « incluent » une ou plusieurs étape(s), ne sont pas limités à la possession uniquement de l'étape ou des plusieurs étapes, mais couvrent également toutes  
25 les étapes non identifiées.

La présente invention se rapporte, sous un premier aspect de l'invention, à une composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée, et, sous un deuxième aspect de  
30 l'invention, à un procédé de préparation d'une composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée. À titre d'exemple, la description qui suit présentera

respectivement chaque aspect de l'invention et ses modes de réalisation associés.

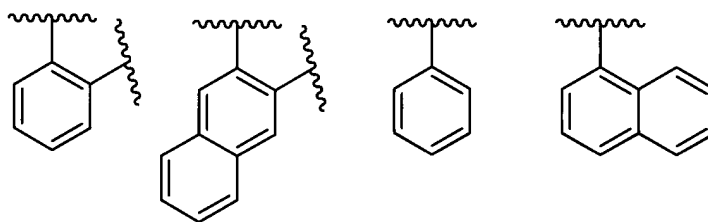
Selon le premier aspect de l'invention, la présente invention propose une composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée utilisant une combinaison synergique d'un agent de coiffage d'extrémité ou d'une quelconque combinaison de ceux-ci et d'un antioxydant ou d'une quelconque combinaison de ceux-ci. La composition obtenue affiche une stabilité thermique améliorée. Plus spécifiquement, à partir des résultats de tests qui seront discutés en détails plus loin, il a été découvert que les températures de décomposition thermique de la composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée, incluant des compositions de PEC et de PPC selon la présente invention, sont dans une plage d'environ 250 à 320°C en comparaison avec les températures de décomposition thermique de PEC et de PPC non modifiés qui sont de 239 et 253°C respectivement. La combinaison d'un poly(carbonate d'alkylène) avec un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité et un ou plusieurs antioxydant(s) diminue le transfert intramoléculaire de chaîne par le groupe hydroxyle terminal et diminue également les scissions de chaîne déclenchées par un processus radicalaire, résultant en une amélioration de la température de décomposition thermique de la composition de poly(carbonate d'alkylène).

Dans un mode de réalisation, l'agent de coiffage d'extrémité est choisi parmi un ou plusieurs composé(s) réagissant avec un hydroxyle qui est/sont constitué(s) de la formule suivante :

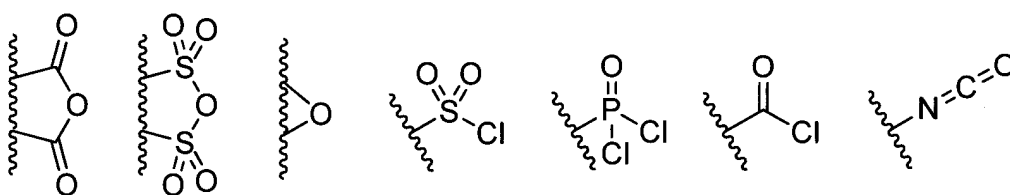


dans laquelle le groupe R est un hydrocarbure ou des dérivés d'hydrocarbure aliphatique ou aromatique.

Préféablement, le groupe R est une molécule de grande taille ou un hydrocarbure aromatique. Des exemples de R tels que :



10 dans lesquels le groupe G est un groupe fonctionnel qui réagit avec un groupe hydroxyle (-OH) contenu dans un poly(carbonate d'alkylène). Des exemples de groupe G tels qu'un anhydride carboxylique, un halogénure de carboxyle, un anhydride sulfonique, un halogénure de sulfonyle, un halogénure de phosphoryle, des époxydes et un isocyanate, montrés ci-dessous.



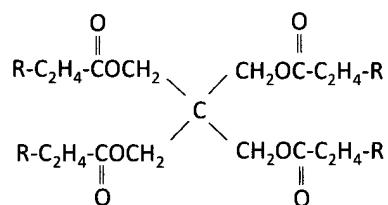
20 L'agent de coiffage d'extrémité dans un exemple peut être choisi parmi un anhydride aromatique, un chlorure d'acyle aromatique, un chlorure de sulfonyle aromatique, un isocyanate aromatique ou de quelconques combinaisons de ceux-ci. Préféablement, l'anhydride aromatique est un anhydride phtalique ; le chlorure d'acyle aromatique est un chlorure de

benzoyle ; le chlorure de sulfonyle aromatique est un chlorure de biphényl-4-sulfonyle ; et l'isocyanate aromatique est un isocyanate de phényle.

- 5 Dans un mode de réalisation, l'antioxydant est choisi parmi un ou plusieurs composé(s) parmi un phénol encombré ou un phosphite.

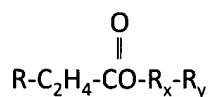
Ledit phénol encombré correspond à la formule suivante :

10



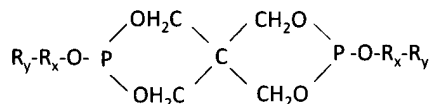
dans laquelle R est un phénol aromatique contenant au moins un groupe tert-alkyle.

- 15 Le phénol encombré correspond facultativement à la formule suivante :



- 20 dans laquelle Rx et Ry sont chacun indépendamment choisis parmi le groupe consistant en un groupe alkyle facultativement substitué, préférablement alkyle facultativement à chaîne droite, ramifié ou alicyclique, alcényle, alcynyle, alcoyle, aryle de 5 à 32 atomes de carbone, et contenant facultativement un hétéroatome dans une molécule, R est un phénol aromatique
- 25 contenant au moins un groupe tert-alkyle.

Ledit phosphite correspond à la formule suivante :



5 dans laquelle Rx et Ry sont choisis parmi le groupe consistant en un groupe alkyle facultativement substitué, préférablement alkyle facultativement à chaîne droite, ramifié ou alicyclique, alcényle, alcynyle, alcoyle, aryle de 5 à 32 atomes de carbone, et contenant facultativement un hétéroatome dans une molécule.

10

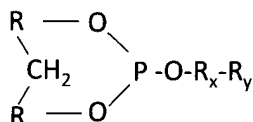
Ledit phosphite correspond facultativement à la formule suivante :



15 dans laquelle R est aromatique, contenant au moins un groupe tert-alkyle.

Ledit phosphite correspond facultativement à la formule suivante :

20



dans laquelle Rx et Ry sont chacun indépendamment choisis parmi le groupe consistant en un groupe alkyle facultativement

substitué, préférablement alkyle facultativement à chaîne droite, ramifié ou alicyclique, alcényle, alcynyle, alcoxyle, aryle de 5 à 32 atomes de carbone, et contenant facultativement un hétéroatome dans une molécule, R est aromatique, contenant au moins un groupe tert-alkyle.

Préférablement, l'antioxydant est choisi parmi des composés qui sont compatibles avec un poly(carbonate d'alkylène).

10 Dans un autre mode de réalisation, la composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée comprend en outre un ou plusieurs additif(s), tel(s) qu'un plastifiant, un lubrifiant, un modificateur de surface, un agent antiblocage, un agent de renfort, une charge inorganique ou un pigment.

Pour en venir maintenant au deuxième aspect de l'invention, la présente invention propose un procédé de préparation d'une composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée.

Dans un mode de réalisation, le procédé comprend les étapes d'ajout d'un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité à un poly(carbonate d'alkylène) ; et d'ajout d'un ou plusieurs antioxydant(s) au poly(carbonate d'alkylène) à extrémité coiffée. La composition de poly(carbonate d'alkylène) préparée selon le procédé de cette invention a une température de décomposition dans une plage d'environ 250 à 320°C.

30 Dans un autre mode de réalisation, le procédé de préparation d'une composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée comprend en outre une étape d'ajout d'un ou

plusieurs additif(s) tel(s) qu'un plastifiant, un lubrifiant, un modificateur de surface, un agent antiblocage, un agent de renfort, une charge inorganique ou un pigment. Plus spécifiquement, l'étape d'ajout d'un ou plusieurs additif(s) est  
5 mise en œuvre après la fin des étapes d'ajout d'un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité et d'ajout d'un ou plusieurs antioxydant(s). Le procédé de préparation de la composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique améliorée de cette invention peut être mis en œuvre dans un système avec  
10 solvant ou sans solvant.

À titre d'exemple de mode de réalisation utilisant un système avec solvant, le procédé de préparation de la composition de poly(carbonate d'alkylène) à stabilité thermique  
15 améliorée peut être mis en œuvre au moyen d'un mélange en solution, le procédé comprenant les étapes de :

- dissolution d'un poly(carbonate d'alkylène) dans un solvant pour obtenir une solution de PAC ;  
20
- ajout d'un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité à la solution de PAC ;
- ajout d'un ou plusieurs antioxydant(s) à la solution de PAC  
25 à extrémité coiffée ; et
- élimination du solvant pour obtenir la composition de PAC à stabilité thermique améliorée.

30 À l'étape d'élimination du solvant, le solvant peut être éliminé par évaporation. De plus, dans un mode de réalisation dans lequel un ou plusieurs additif(s) est/sont ajouté(s), les

additifs peuvent être ajoutés avant l'étape d'élimination du solvant.

À titre d'exemple de mode de réalisation utilisant un système sans solvant dans lequel la composition de poly(carbonate d'alkylène) est préparée par mélange à l'état fondu, le procédé comprenant les étapes de :

- fusion du polymère de poly(carbonate d'alkylène) pour obtenir un PAC fondu ;

- ajout d'un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité au PAC fondu sous mélange à l'état fondu ; et

- ajout d'un ou plusieurs antioxydant(s) au PAC à extrémité coiffée sous mélange à l'état fondu.

De plus, dans un mode de réalisation dans lequel un ou plusieurs additif(s) est/sont ajouté(s), les additifs peuvent être ajoutés à la dernière étape.

## EXPERIENCES ET EXEMPLES

### *Matériels*

Un poly(carbonate d'éthylène) (PEC) et un poly(carbonate de propylène) (PPC) du commerce mis sur le marché par Empower Materials ont été utilisés dans cette expérience. Un anhydride phtalique (PA) et un chlorure de biphényl-4-sulfonyle (PH<sub>2</sub>SOCl), commercialisés par Sigma-Aldrich, ont été utilisés comme agents de coiffage d'extrémité. Un phénol encombré (A050) et des phosphites (2112, PEP8, HP10) commercialisés par Adeka ont été utilisés comme antioxydants.

*Procédure de préparation d'échantillons*

Les exemples suivants ci-dessous montrent la présente invention sans limiter la portée de l'invention.

5      Échantillons témoins A (PEC) et B (PPC) :

Le PEC et le PPC ont été utilisés sans aucune modification.

10      Échantillon comparatif A1 (PEC-PA) :

2 g de PEC ont été dissous dans 15 ml de solvant, incluant, sans toutefois s'y limiter, le dichlorométhane, le tétrahydrofurane, le chloroforme ou un mélange de ceux-ci. Ensuite, 0,03 g d'agent de coiffage d'extrémité anhydride phtalique, PA, a été ajouté. Le mélange a été laissé sous agitation à la température ambiante pendant au moins 6 heures. Le solvant a ensuite été évaporé.

20      Échantillon comparatif A2 (PEC-PH<sub>2</sub>SOCl) :

A2 a été préparé de la même manière que A1, à l'exception de l'utilisation de chlorure de biphényl-4-sulfonyle (PH<sub>2</sub>SOCl) au lieu de PA comme agent de coiffage d'extrémité.

25      Échantillon comparatif A3 (PEC-AO50&HP10) :

2 g de PEC ont été dissous dans 15 ml de solvant, incluant, sans toutefois s'y limiter, le dichlorométhane, le tétrahydrofurane, le chloroforme ou un mélange de ceux-ci. Ensuite, 0,002 g de AO50 et 0,01 g de HP10 ont été ajoutés. Le mélange a été laissé sous agitation à la température ambiante

jusqu'à ce qu'il soit bien dispersé. Le solvant a ensuite été évaporé.

Échantillon Aa (PEC-PA-AO50) :

5

2 g de PEC ont été dissous dans 15 ml de solvant, incluant, sans toutefois s'y limiter, le dichlorométhane, le tétrahydrofurane, le chloroforme ou un mélange de ceux-ci. Ensuite, 0,03 g d'agent de coiffage d'extrémité anhydride phtalique, PA, a été ajouté. Le mélange a été laissé sous agitation à la température ambiante pendant au moins 6 heures. Après quoi, 0,002 g d'antioxydant, AO50, a été ajouté et le mélange a été laissé sous agitation à la température ambiante jusqu'à ce qu'il soit bien dispersé. Le solvant a ensuite été évaporé.

15

Échantillon Ab (PEC-PH<sub>2</sub>SOCl-AO50) :

Ab a été préparé de la même manière que Aa, à l'exception de l'utilisation de chlorure de biphényl-4-sulfonyle (PH<sub>2</sub>SOCl) au lieu de PA comme agent de coiffage d'extrémité.

20

Échantillon Ac (PEC-PA-AO50&PEP8) :

Ac a été préparé de la même manière que Aa, à l'exception de l'utilisation d'une combinaison d'antioxydants, incluant AO50 et PEP8, comme antioxydants principal et secondaire, respectivement, à la place de AO50.

25

Échantillon Ad (PEC-PA-AO50&HP10) :

Ad a été préparé de la même manière que Aa, à l'exception  
5 de l'utilisation d'une combinaison d'antioxydants, incluant AO50  
et HP10, comme antioxydants principal et secondaire,  
respectivement, à la place de AO50.

Échantillon Ae (PEC-PH<sub>2</sub>SOCl-AO50&HP10) :

10

Ae a été préparé de la même manière que Ad, à l'exception  
de l'utilisation de PH<sub>2</sub>SOCl au lieu de PA comme agent de coiffage  
d'extrémité.

15 Échantillon Af (PEC-AO50&HP10-PA) :

Af a été préparé de la même manière que Ad, à l'exception  
que la séquence d'ajout d'un agent de coiffage d'extrémité et  
d'ajout d'antioxydants ont été inversés l'un par rapport à  
20 l'autre.

Échantillon comparatif B1 (PPC-PA) :

B1 a été préparé de la même manière que A1, à l'exception  
25 de l'utilisation de PPC au lieu de PEC.

Échantillon comparatif B2 (PPC-PH<sub>2</sub>SOCl) :

B2 a été préparé de la même manière que A2, à l'exception  
30 de l'utilisation de PPC au lieu de PEC.

Échantillon Ba (PPC-PA-AO50) :

Ba a été préparé de la même manière que Aa, à l'exception de l'utilisation de PPC au lieu de PEC.

5

Échantillon Bb (PPC-PH<sub>2</sub>SOCl-AO50) :

Bb a été préparé de la même manière que Ab, à l'exception de l'utilisation de PPC au lieu de PEC.

10

Échantillon Bc (PPC-PA-AO50&PEP8) :

Bc a été préparé de la même manière que Ac, à l'exception de l'utilisation de PPC au lieu de PEC.

15

Échantillon Bd (PPC-PH<sub>2</sub>SOCl-AO50&PEP8) :

Bd a été préparé de la même manière que Bc, à l'exception de l'utilisation de PH<sub>2</sub>SOCl au lieu de PA.

20

*Méthode d'essai*

La composition de PAC préparée selon l'explication ci-dessus a été analysée en utilisant une analyse thermogravimétrique (TGA) pour déterminer la température de décomposition thermique (Td) de chaque échantillon.

25

*Résultats expérimentaux*

Le Tableau 1 montre les températures de décomposition thermique des échantillons. Chaque nom de séquence montre les types d'un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité et/ou d'un ou plusieurs antioxydant(s) et les séquences des étapes de préparation des échantillons de PEC et de PPC.

30

Tableau 1

Échantillon	Nom de séquence	Type d'agent de coiffage d'extrémité	Rapport de l'agent de coiffage d'extrémité sur le PAC	Type d'antioxydant (antioxydant principal/antioxydant secondaire)	Rapport de l'antioxydant principal/antioxydant secondaire sur le PAC	T <sub>a</sub> [°C]
<b>Échantillons témoins</b>						
A	PEC	-	-	-	-	239
B	PPC	-	-	-	-	253
<b>Échantillons comparatifs : PAC + agent de coiffage d'extrémité ou antioxydants</b>						
A1	PEC-PA	Anhydride phtalique	1: 100	-	-	246
A2	PEC-PH <sub>2</sub> SOCI	Chlorure de biphényl-4-sulfonyle	1: 100	-	-	258
A3	PEC-AO50&HP10	-	-	AO50/HP10	0,1/0,5:100	233
B1	PPC-PA	Anhydride phtalique	1: 100	-	-	237
B2	PPC-PH <sub>2</sub> SOCI	Chlorure de biphényl-4-sulfonyle	1: 100	-	-	269
<b>Échantillons : PAC + agent de coiffage d'extrémité/antioxydant ou antioxydants</b>						
Aa	PEC-PA-AO50	Anhydride phtalique	1: 100	AO50	0,1:100	255
Ab	PEC-PH <sub>2</sub> SOCI-AO50	Chlorure de biphényl-4-sulfonyle	1: 100	AO50	0,1:100	272
Ac	PEC-PA-AO50&PEP8	Anhydride phtalique	1: 100	AO50/PEP8	0,1/0,5:100	283
Ad	PEC-PA-AO50&HP10	Anhydride phtalique	1: 100	AO50/HP10	0,1/0,5:100	298
Ae	PEC-PH <sub>2</sub> SOCI-AO50&HP10	Chlorure de biphényl-4-sulfonyle	1: 100	AO50/HP10	0,1/0,5:100	279
Af	PEC-AO50&HP10-PA	Anhydride phtalique	1: 100	AO50/HP10	0,1/0,5:100	255
Ba	PPC-PA-AO50	Anhydride phtalique	1: 100	AO50	0,1:100	269
Bb	PPC-PH <sub>2</sub> SOCI-AO50	Chlorure de biphényl-4-sulfonyle	1: 100	AO50	0,1:100	287
Bc	PPC-PA-AO50&PEP8	Anhydride phtalique	1: 100	AO50/PEP8	0,1/0,5:100	283
Bd	PPC-PH <sub>2</sub> SOCI-AO50&HP10	Chlorure de biphényl-4-sulfonyle	1: 100	AO50/HP10	0,1/0,5:100	293

Nous allons maintenant expliquer les résultats expérimentaux. Premièrement, nous allons expliquer le groupe d'échantillons de PEC, dans lequel les échantillons commençant par « A ». Comme il est visible dans le Tableau 1 et sur la Figure 1, l'échantillon A est un échantillon témoin où aucun agent de coiffage d'extrémité ni antioxydant n'est ajouté. La température de décomposition thermique de l'échantillon est 239°C. Dans les échantillons comparatifs A1 et A2, où les échantillons sont fait réagir avec les agents de coiffage d'extrémité sans aucun antioxydant, les échantillons affichent une légère amélioration des températures de décomposition thermique à 246 et 258°C, respectivement. D'autre part, l'échantillon Aa, préparé à partir d'une combinaison d'un agent de coiffage d'extrémité, PA, et d'un antioxydant, AO50, affiche la température de décomposition thermique à 255°C, qui est beaucoup plus élevée que celle de l'échantillon comparatif A1 préparé à partir du même type de l'agent de coiffage d'extrémité. De façon similaire, l'échantillon Ab affiche une température de décomposition thermique beaucoup plus élevée que celle de l'échantillon comparatif A2, qui est également préparé en utilisant  $\text{PH}_2\text{SOCl}$  comme un agent de coiffage d'extrémité.

Il est possible de conclure que les échantillons avec une combinaison d'un agent de coiffage d'extrémité avec un antioxydant possèdent une stabilité thermique améliorée de la composition de PEC.

De plus, en comparant les échantillons comparatifs A1, A3 et les échantillons Ad, Af, il est d'évidence visible que les températures de décomposition thermique des échantillons Ad et Af sont beaucoup plus élevées que celles montrées par les échantillons comparatifs. Les échantillons Ad et Af comprennent

un agent de coiffage d'extrémité et une combinaison d'antioxydants principal et secondaire. À partir de là, il est possible de conclure que la composition de poly(carbonate d'alkylène), comprenant le PEC, un agent de coiffage d'extrémité, et un ou plusieurs antioxydant(s), préparée selon la présente invention, améliore la stabilité thermique du poly(carbonate d'alkylène).

En outre, comme il est visible en comparant entre les échantillons Ad et Af, les ordres ou séquences d'ajout à l'échantillon de l'agent de coiffage d'extrémité et d'un ou plusieurs antioxydant(s) ont un effet sur la température de décomposition thermique de la composition de PEC obtenue. Donc, la composition de poly(carbonate d'alkylène), comprenant un PEC, préparée par les étapes consécutives de réaction du PEC avec l'agent de coiffage d'extrémité avant le mélange avec un ou plusieurs antioxydant(s), montre d'évidence l'amélioration de ladite température de décomposition thermique, atteignant presque 300°C.

Selon cette théorie, la même conclusion peut également être tirée pour un poly(carbonate d'alkylène), comprenant un PEC, un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité, et un ou plusieurs antioxydant(s), qui améliorent la stabilité thermique de la composition.

Nous allons maintenant expliquer le deuxième groupe de l'expérience tel que montré sur la Figure 2, un PPC dans lequel les échantillons commençant par « B ». Les échantillons sont préparés de la même manière que pour la préparation des échantillons utilisant un PEC. L'échantillon B est un échantillon témoin où aucun agent de coiffage d'extrémité et

aucun antioxydant ne sont ajoutés. De façon similaire, les échantillons avec un agent de coiffage d'extrémité ajouté, et un ou plusieurs antioxydant(s) ajoutés, par exemple les échantillons Ba-Bd affichent une température de décomposition thermique plus élevée. L'échantillon Bd est parmi les échantillons avec la température de décomposition thermique la plus élevée.

L'échantillon Bd est préparé par mélange en solution comme décrit ci-dessus. Le PPC est fait réagir avec l'agent de coiffage d'extrémité, un chlorure de biphényl-4-sulfonyle. Ensuite, le PPC à extrémité coiffée est mélangé avec un mélange d'une combinaison d'antioxydants, d'un phénol encombré A050 et d'un phosphite HP10. Une fois encore, les résultats de l'expérience confirment qu'une combinaison entre un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité et antioxydant(s) offre un effet synergique sur l'amélioration de la stabilité thermique d'un PEC et d'un PPC préparés selon la présente invention.

De plus, il est d'évidence visible que la séquence appropriée pour le processus d'amélioration thermique doit être prise en compte. Pour parvenir à la température de décomposition thermique plus élevée d'un PAC, la réaction avec un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité doit d'abord être terminée et suivie de l'ajout d'un ou plusieurs antioxydant(s). Selon le principe de la présente invention, une réaction de coiffage d'extrémité entre un PEC ou un PPC à terminaison OH et un agent de coiffage d'extrémité réactif peut être détériorée ou mise en compétition par d'autres composés réactifs. À titre d'illustration, des antioxydants, qui sont des dérivés d'un phénol encombré et/ou d'un phosphite, réagiraient avec l'agent

de coiffage d'extrémité, conduisant à un PEC ou un PPC non traité.

En conséquence, il est possible de conclure que la stabilité thermique d'un PAC peut être améliorée par la solution proposée par le principe de la présente invention. La composition de PEC ou de PPC obtenue préparée par le procédé selon l'invention montre une stabilité thermique améliorée. En conséquence, cela permet des compositions de PEC et de PPC ayant une stabilité thermique améliorée avec une plage de traitement élargie, comme défini dans l'objectif de l'invention.

L'homme du métier reconnaîtra que diverses modifications, adaptations, et variations peuvent être apportées aux exemples spécifiques présentés ci-dessus sans se départir de la portée des revendications qui suivent.

**REVENDEICATIONS**

1. Composition de poly(carbonate d'alkylène) comprenant  
5 (a) un ou plusieurs poly(carbonate(s) d'alkylène),  
(b) un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité et  
(c) un ou plusieurs antioxydant(s)  
dans laquelle la composition de poly(carbonate d'alkylène)  
affiche une stabilité thermique améliorée dont la température de  
10 décomposition est dans une plage entre 250 à 320°C.
2. Composition selon la revendication 1, dans laquelle (b) est  
choisi parmi un anhydride aromatique, un chlorure d'acyle  
aromatique, un chlorure de sulfonyle aromatique ou un isocyanate  
15 aromatique ou de quelconques combinaisons de ceux-ci.
3. Composition selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle  
(b) est choisi parmi un anhydride phtalique, un chlorure de  
benzoyle, un chlorure de biphényl-4-sulfonyle, un isocyanate de  
20 phényle ou de quelconques combinaisons de ceux-ci.
4. Composition selon la revendication 1, dans laquelle (c) est  
choisi parmi un phénol encombré, un phosphite ou de quelconques  
combinaisons de ceux-ci.  
25
5. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à  
4, dans laquelle (a) est choisi parmi un poly(carbonate  
d'éthylène), un poly(carbonate de propylène) ou des mélanges de  
ceux-ci.  
30

6. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans laquelle un rapport en poids de (a) sur (b) est dans une plage de 100 à 0,5-2.

7. Composition selon la revendication 6, dans laquelle le rapport en poids de (a) sur (b) est 100 à 1.

8. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans laquelle un rapport en poids de (a) sur (c) est dans une plage de 100 à 0,2-1.

10

9. Composition selon la revendication 8, dans laquelle le rapport en poids de (a) sur (c) est 100 à 0,6.

10. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, comprenant en outre un ou plusieurs additif(s) choisi(s) parmi un plastifiant, un lubrifiant, un modificateur de surface, un agent antiblocage, un agent de renfort, une charge inorganique ou un pigment.

11. Procédé de préparation d'une composition de poly(carbonate d'alkylène) comprenant des étapes de

(a) ajout d'un ou plusieurs agent(s) de coiffage d'extrémité à un poly(carbonate d'alkylène), et

25

(b) ajout d'un ou plusieurs antioxydant(s) au poly(carbonate d'alkylène) à extrémité coiffée obtenu en (a)

dans lequel la composition de poly(carbonate d'alkylène) affiche une stabilité thermique améliorée dont la température de décomposition est dans une plage entre 250 à 320°C.

30

12. Procédé selon la revendication 11, dans lequel l'agent de coiffage d'extrémité est choisi parmi un anhydride aromatique, un chlorure d'acyle aromatique, un chlorure de sulfonyle aromatique ou un isocyanate aromatique ou de quelconques  
5 combinaisons de ceux-ci.

13. Procédé selon la revendication 11 ou 12, dans lequel l'agent de coiffage d'extrémité est choisi parmi un anhydride phtalique, un chlorure de benzoyle, un chlorure de biphényl-4-  
10 sulfonyle, un isocyanate de phényle ou de quelconques combinaisons de ceux-ci.

14. Procédé selon la revendication 11, dans lequel l'antioxydant est choisi parmi un phénol encombré ou un  
15 phosphite ou de quelconques combinaisons de ceux-ci.

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 14, dans lequel le poly(carbonate d'alkylène) est choisi parmi un poly(carbonate d'éthylène), un poly(carbonate de propylène) ou  
20 des mélanges de ceux-ci.

16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 15, dans lequel la composition de poly(carbonate d'alkylène) est préparée dans un système avec solvant ou sans solvant.  
25

17. Procédé selon la revendication 16, dans lequel la composition de poly(carbonate d'alkylène) est préparée par mélange en solution.

30 18. Procédé selon la revendication 16, dans lequel la composition de poly(carbonate d'alkylène) est préparée par mélange à l'état fondu.

19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 18, dans lequel un rapport en poids du poly(carbonate d'alkylène) sur l'agent de coiffage d'extrémité est dans une plage de 100 à 0,5-2.
20. Procédé selon la revendication 19, dans lequel le rapport en poids du poly(carbonate d'alkylène) sur l'agent de coiffage d'extrémité est 100 à 1.
21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 18, dans lequel un rapport en poids du poly(carbonate d'alkylène) sur l'antioxydant est dans une plage de 100 à 0,2-1.
22. Procédé selon la revendication 21, dans lequel le rapport en poids du poly(carbonate d'alkylène) sur l'antioxydant est 100 à 0,6.
23. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 22, comprenant en outre une étape d'ajout d'un ou plusieurs additif(s) choisi(s) parmi un plastifiant, un lubrifiant, un modificateur de surface, un agent antiblocage, un agent de renfort, une charge inorganique ou un pigment ou de quelconques combinaisons de ceux-ci.

1/1

Figure 1

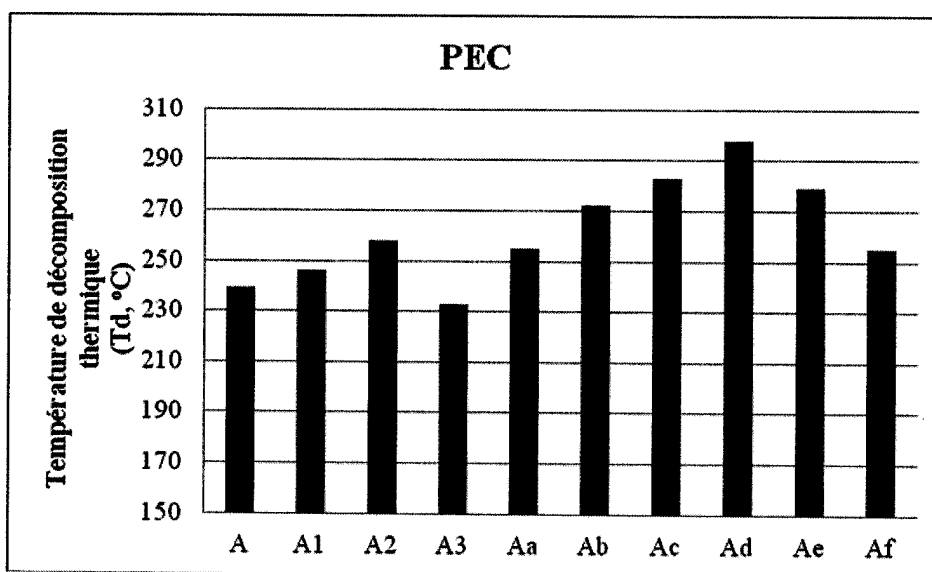


Figure 2

