

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 09.09.92.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : 11.03.94 Bulletin 94/10.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été établi à la date de publication de la demande.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : ISOVER SAINT-GOBAIN (S.A.) — FR.

⑦2 Inventeur(s) : Opozda Michel et Seignan Jacques.

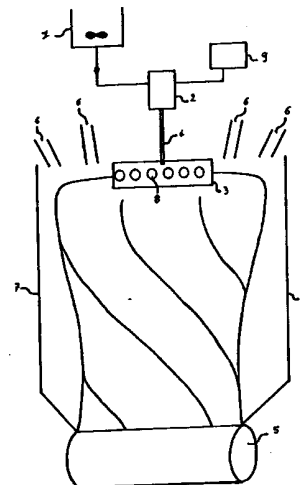
⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : Le Cam Stéphane.

⑤4 Dispositif pour la formation de fibres phénoplastes.

⑤7 L'invention concerne un dispositif pour la production de fibres à partir de résines phénoplastes et, plus particulièrement, à partir de résines du type résol.

Le dispositif comporte des moyens pour mélanger les composants de la résine, un moyen pour mélanger la résine au catalyseur de réticulation, un centrifugeur, réalisé en un matériau à faible conductivité thermique, sur lequel sont disposés des orifices de fibrage, et des moyens permettant de souffler un air chaud sur les fibres dès leur formation.



5

10

1

DISPOSITIF POUR LA FORMATION

DE FIBRES PHENOPLASTES

15

20

L'invention concerne un dispositif pour la production de fibres à partir de résines phénoplastes et, plus particulièrement, à partir de résines de type résol.

Les résines phénoplastes sont obtenues par polycondensation d'un phénol et d'un aldéhyde. Le plus souvent, les phénoplastes proviennent de la condensation du phénol et du formol. Dans la suite de la description, il sera fait référence essentiellement à ces résines à base de phénol et de formol mais l'invention s'applique à toutes les résines phénoplastes présentant les propriétés dont il sera question plus loin.

On distingue deux types de résines phénoplastes qui sont désignés sous les noms génériques de "novolaques" et de "résols". Ces dénominations recouvrent des produits qui diffèrent sensiblement par leur structure, leurs propriétés et leur mode de préparation.

Les novolaques sont obtenues par polycondensation d'un excès de phénol par rapport à la quantité de formol, en présence d'un catalyseur acide. La résine obtenue est

thermofusible et réticulable à l'aide d'un agent de réticulation en présence d'un catalyseur acide. La réticulation est accélérée par une élévation de la température. Le fibrage de ces résines est assez aisé car il est possible de procéder au préalable à une fusion de la résine.

Les résols, qui sont concernées par l'invention, sont obtenues par polycondensation d'un excès de formol par rapport à la quantité de phénol, en présence d'un catalyseur basique. La formation de la résine est accélérée par une élévation de température mais est très difficile à maîtriser. Les produits obtenus varient en fonction de la durée de la réaction. Si celle-ci n'est pas stoppée, on obtient un produit solide infusible et donc non filable. Pour stopper la réaction au moment désiré, il convient de baisser la température et/ou neutraliser le mélange. La résine est réticulable et sa réticulation peut être accélérée en présence d'un catalyseur acide et/ou d'une température élevée.

L'opération aboutissant à la formation de fibres à partir de résols est particulièrement délicate. En effet, après avoir stabilisé l'évolution d'une résol à un degré de condensation tel que la viscosité soit satisfaisante, le filage conduit à la production de fibres non stabilisées qui restent collantes. Un procédé de fibrage d'une résine résol, décrit dans le brevet FR 2 543 169, consiste à réaliser la formation de fibres en même temps que les processus de réticulation-séchage qui conduisent à des fibres "stabilisées".

Des fibres stabilisées sont des fibres dont l'évolution est suffisante pour leur permettre de conserver une forme propre même si les qualités mécaniques finales des fibres complètement réticulées ne sont pas encore atteintes. De plus, l'état de surface des fibres est tel qu'elles ne risquent plus de coller les unes aux autres. Pour cela, un centrifugeur qui fait office de filière est utilisé. La quantité de composition maintenue dans le centrifugeur est très faible et n'y reste que très peu de temps de sorte qu'il n'y ait pas de risque de figer la

composition avant le fibrage. Après passage par les orifices, les fibres sont stabilisées le plus rapidement possible par des courants d'air chaud.

Les conditions thermiques lors de cette production sont très délicates.

Tout d'abord, la quantité de composition maintenue dans le centrifugeur doit être à une température peu élevée de façon à bloquer la réaction.

Par contre, pour les processus de réticulation-séchage, après le fibrage, il est nécessaire d'avoir une température de l'air environnant élevée. Cependant cette température de l'air doit être inférieure à celle d'ébullition de l'eau pour éviter la formation de bulles sur les fibres.

Il est donc nécessaire de réchauffer l'air environnant le centrifugeur sans transmettre de chaleur au sein du centrifugeur, qui provoquerait une modification prématurée de la composition.

Divers dispositifs ont déjà été envisagés pour réaliser ces conditions.

Un premier dispositif consiste à élever progressivement la température de l'air ambiant à mesure que l'on s'éloigne du centrifugeur. Cependant, l'intervalle de temps séparant l'apparition des fibres aux orifices du centrifugeur de leur dépôt sur l'organe collecteur est limité par les dimensions de l'installation utilisée. Il est donc nécessaire de chauffer tout de même considérablement l'atmosphère proche du centrifugeur, ce qui risque de chauffer le contenu du centrifugeur. Pour remédier à cet inconvénient, un second dispositif qui consiste en un circuit de refroidissement protège le centrifugeur contre la chaleur. Il peut s'agir, par exemple, d'un serpentín qui entoure le sommet du centrifugeur et dans lequel circule de l'eau de refroidissement. Ce dispositif présente l'inconvénient de venir se rajouter à un dispositif déjà complexe et n'est pas simple à installer. De plus, il subsiste des limites de température à ne pas dépasser à proximité du centrifugeur car celui-ci n'est protégé qu'à son sommet.

L'invention a pour but un dispositif pour la formation

de fibres à base de résines phénoplastes, notamment de type résol, qui permet de concilier une température proche de l'ambiante au sein du centrifugeur et une température relativement élevée dans l'atmosphère qui lui est proche, 5 sans ajouter d'éléments supplémentaires à ceux constituant une telle filière.

Selon l'invention, le problème posé par les conditions de température différentes à l'intérieur et à l'extérieur du centrifugeur est résolu par un dispositif pour le 10 fibrage de résines phénoplastes, plus particulièrement de résines résols qui comporte des moyens pour mélanger les composants de la résine, un moyen pour mélanger la résine au catalyseur de réticulation, un centrifugeur sur lequel sont disposés des orifices de fibrage et des moyens per- 15 mettant de souffler un air chaud sur les fibres dès leur formation, dont la particularité est d'être réalisé en un matériau à faible conductivité thermique, notamment un matériau polymère organique.

Selon un mode préféré de l'invention, on utilise un 20 nylon chargé dont la conductivité thermique est inférieure à 0,3 W/Km et la résistance à la traction de l'ordre de 85 N/mm².

Le centrifugeur comporte des orifices calibrés sur sa périphérie qui permettent de former les fibres. Périodi- 25 quement, il est nécessaire de nettoyer ces orifices qui finissent par être encrassés par le passage de la résine. Si l'on ne procède pas au nettoyage, la dimension des orifices n'est plus adaptée au diamètre des fibres que l'on désire réaliser. En vue de ce nettoyage, le centrifugeur 30 est conçu de façon à pouvoir être facilement démonté puis nettoyé à l'aide de tout moyen connu de l'homme du métier pour déboucher les orifices. On utilise, par exemple, un bain de méthanol. Ces bains ne s'avèrent généralement pas suffisants et l'on termine généralement le nettoyage à 35 l'aide d'outils tels que des forets.

Selon un mode préféré de l'invention, le centrifugeur comporte une bande périphérique amovible qui comporte les orifices. Il est ainsi possible de démonter et de faire tremper la bande périphérique du centrifugeur.

De façon à simplifier ces opérations de nettoyage et permettre un démontage aisé du centrifugeur et notamment de la bande qui constitue son pourtour, celle-ci est fixée de préférence par tout moyen de fixation rapide, par exemple 5 par vis entre les parties supérieure et inférieure du centrifugeur. Lors du nettoyage des orifices, il est possible que l'outil utilisé, qui doit présenter une dureté relativement importante, entraîne une abrasion de la bande en matière plastique, ce qui peut aboutir à des orifices plus 10 grands que le calibre initial.

Dans une variante selon l'invention, il est proposé de protéger les orifices de sorte qu'ils ne soient pas agrandis lors du nettoyage. Dans ce but, on insère des tubes métalliques du type "canules" ou "rivets" dans des trous 15 prévus dans la bande périphérique du centrifugeur, ces tubes formant alors les orifices de fibrage.

Ces éléments métalliques peuvent être mis en place par tout moyen connu de l'homme du métier, par exemple du type rivetage ou bien, par exemple, en les insérant en force et 20 en écrasant le plastique qui, de cette façon, les maintient bien.

Pendant la formation des fibres, comme il a été dit précédemment, celles-ci apparaissent encore collantes en sortie du centrifugeur, il est préférable d'éviter une 25 disposition des orifices du centrifugeur sur différents niveaux qui peut conduire à un contact des fibres avant que celles-ci ne soient stabilisées.

Dans un mode préféré de l'invention, les orifices du centrifugeur sont disposés sur une même rangée sur la bande 30 périphérique.

De façon à conférer une force centrifuge permettant un bon étirage des fibres, la vitesse périphérique du centrifugeur est comprise entre 30 et 60 m/s et, de préférence, entre 45 et 50 m/s.

35 Selon un mode préféré de l'invention, le diamètre du centrifugeur est égal à 600 mm.

Le dispositif ainsi présenté et notamment le centrifugeur réalisé en un matériau à faible conductivité thermique permet de maintenir une température relativement

basse (proche de l'ambiante) au sein du centrifugeur alors que l'on procède à un réchauffement des fibres, dès leur formation, par des courants d'air chaud. En effet, le matériau choisi ne conduisant que très faiblement la chaleur, 5 il est possible de souffler de l'air chaud sur les fibres dès leur sortie du centrifugeur.

Cela présente un avantage très important car le temps durant lequel il est possible de stabiliser les fibres est limité par les dimensions de l'installation puisque les 10 fibres ne doivent plus être collantes lorsqu'elles se rassemblent sur le moyen de réception.

Par ailleurs, le centrifugeur proposé peut être nettoyé très facilement car la bande qui constitue son pourtour est amovible. Un autre avantage important, lié à 15 l'emploi d'une matière plastique, est la légèreté du centrifugeur qui simplifie beaucoup les opérations de démontage pour le nettoyage. D'autre part, les renforts métalliques des orifices qui préviennent tout usure lors du nettoyage, augmentent ainsi la durée de vie des centrifugeurs. 20

Un autre avantage lié au centrifugeur est de pouvoir modifier la dimension des fibres en remplaçant uniquement la bande amovible qui comporte les orifices par une autre qui comporte des orifices différents. Il est également 25 possible de choisir entre une bande qui comporte des orifices sur une même rangée et une bande où ils sont disposés sur plusieurs niveaux.

D'autres détails et caractéristiques avantageux de l'invention ressortent ci-après de la description d'un 30 exemple de dispositif mettant en oeuvre ce procédé décrit en référence aux figures 1, 2 et 3 qui représentent :

- figure 1 : un schéma de base d'un dispositif de fibrage à partir de résines phénoplastes,

- figure 2 : un schéma, en coupe, d'un exemple de demi 35 centrifugeur selon l'invention,

- figure 3 : un schéma, en coupe, d'un exemple de réalisation d'une bande formant le pourtour d'un centrifugeur selon l'invention.

Sur la figure 1, sont représentés un mélangeur 1 où

est préparée la résine résol, un mélangeur 2 qui contient ladite résine associée au catalyseur, le centrifugeur 3 et le tambour de réception 5. Il va de soi que les dimensions respectives de tous ces éléments ne sont pas respectées.

5 La résine est préparée au préalable puis introduite dans le mélangeur 1 où l'on ajoute un agent tensio-actif qui évite, notamment, les ruptures capillaires précoces et un agent de fibrage tel que des polyoxyoléfines à chaînes très longues qui favorisent l'étirage des fibres sans rup-
10 ture.

Le catalyseur de réticulation 9 est préparé à part. Il s'agit, notamment, d'acides phosphorique et sulfurique auxquels on ajoute, par exemple, du triéthylène glycol pour favoriser l'homogénéisation du mélange et augmenter la
15 viscosité.

Le mélangeur 2 reçoit, en quantité dosée, la résine et le catalyseur ainsi préparés. Le mélangeur 2 est, par exemple, du type mélangeur à maille déployée afin d'assurer une bonne homogénéisation du mélange. La bonne dispersion
20 du catalyseur dans la résine favoriser une réticulation rapide et homogène.

Pour ne pas risquer de figer la composition, le mélange formé doit être rapidement utilisé. Pour cela, le volume du mélangeur 2 est faible, de façon à ce que la
25 composition y séjourne un temps aussi faible que possible. Elle est envoyée directement dans le centrifugeur 3 par l'intermédiaire du canal 4, qui doit être le plus court possible. Le mélangeur 2 doit donc être disposé à proximité du centrifugeur 3. Le centrifugeur 3 est entraîné par tout
30 moyen connu de l'homme du métier, tel qu'un moteur électrique, non représenté sur les figures. Il sera revenu par la suite sur le centrifugeur 3 lors de la description des figures 2 et 3.

La composition est projetée hors du centrifugeur 3
35 sous forme de fibres dont les dimensions sont déterminées par celles des orifices 8. Les fibres sont alors soumises à des courants d'air chaud dont la température est comprise entre 100 et 150°C de façon à élever la température des fibres à environ 80°C. L'air chaud est amené par des buses

6 placées légèrement au-dessus du niveau du centrifugeur 3. Les fibres sont ainsi séchées et réticulées avant d'atteindre le tambour de réception 5. A ce dispositif, il est possible de rajouter tout moyen connu de l'homme du métier, 5 tels que des courants gazeux non représentés sur les figures, de façon à modifier la trajectoire des fibres pour qu'elles n'atteignent pas les parois 7.

Sur la figure 2, un schéma en coupe d'un demi centrifugeur est représenté. La composition résine-catalyseur 10 arrive par le sommet 18 du centrifugeur 3. Elle tombe dans un panier 10, placé au sein du centrifugeur 3, qui est lui-même percé sur sa paroi périphérique 11 d'orifices 12 régulièrement espacés. Sous l'effet de la rotation, la composition atteint la paroi 11 et s'échappe par les orifices 12 sous forme de gros filets de composition qui sont projetés sur la bande périphérique 13 du centrifugeur 3.

L'utilisation du panier 10 permet, notamment dans le cas d'un centrifugeur de grand diamètre, d'obtenir sur toute la bande 13 une épaisseur régulière de la composition. Cela permet de former les fibres dans les mêmes conditions et donc d'obtenir des fibres homogènes.

La quantité de composition dans le panier 10 et le centrifugeur 3 est maintenue au minimum nécessaire pour alimenter sans discontinuité les orifices 8, ceux-ci devant 25 être recouverts. De cette façon, il est possible d'éviter partiellement que la composition ne fige au sein du centrifugeur 3.

La figure 3 représente une coupe de la bande amovible 13 du centrifugeur 3. Celle-ci est, comme l'ensemble du 30 centrifugeur 3, réalisée en nylon chargé de façon à isoler thermiquement le contenu du centrifugeur 3 et éviter ainsi assurément le risque que la composition ne fige avant d'apparaître sous forme de fibres à l'extérieur du centrifugeur 3. De bons résultats ont été obtenus notamment avec 35 un nylon commercialisé sous la marque ERTALON et sous la référence 6XAU. La densité de ce polymère est 1,15 et son point de fusion est 220°C. Ses caractéristiques mécaniques sont un allongement au seuil d'écoulement de 4 à 5 %, un module d'élasticité en traction de 3500 N/mm² et un

allongement à la rupture de 25 %. Sa résistance aux chocs, établie sur des éprouvettes entaillées, est de 4 KJ/m² et sur des éprouvettes non entaillées, il n'y a pas de rupture. Les alésages 14 permettent de fixer la bande 13 aux parties supérieure 15 et inférieure 16 du centrifugeur 3 par l'intermédiaire de vis non représentées. Il suffit donc, pour procéder au nettoyage, de retirer les vis, de déposer la partie inférieure 16 et de retirer ensuite la bande 13.

10 Des trous sont réalisés tout d'abord dans le plastique puis on insère en force des canules métalliques 17 dans ces trous. La bande 13 étant en plastique, elle est écrasée par la pièce métallique 17 qui se trouve, de ce fait, bien fixée. Le diamètre intérieur de la canule 17 devient donc
15 l'orifice de fibrage 8 et est donc choisi de façon à obtenir le diamètre de fibre désiré. Comme il est plus particulièrement visible sur la figure 3, les canules métalliques 17 ne constituent qu'une très faible part de la bande périphérique 13 qui, de ce fait, conserve son caractè-
20 re de matériau à très faible conductivité thermique. Ceci est tout particulièrement vrai si les orifices sont disposés selon une seule rangée comme dans le mode de réalisation préféré ici représenté.

Lors du nettoyage, il est donc possible de bien dé-
25 boucher les orifices sans pour autant modifier leur calibre. D'autre part, la forme intérieure de la bande 13, comme représentée sur la figure 3, est conçue de façon à faciliter l'écoulement de la composition vers les orifices 8 et à permettre la constitution d'une réserve de matière
30 renouvelée de façon permanente.

Le dispositif ainsi décrit est particulièrement intéressant pour la formation de fibres à partir de résines phénoplastes et notamment de résines résols qui demande des conditions de température très strictes mais peut être
35 éventuellement utilisé pour le fibrage d'autres matériaux présentant des caractéristiques équivalentes.

REVENDEICATIONS

1. Dispositif pour le fibrage de résines phénoplastes comportant des moyens pour mélanger les composants de la résine, un moyen pour mélanger la résine au catalyseur de réticulation, un centrifugeur sur lequel sont disposés des orifices de fibrage et des moyens permettant de souffler un air chaud sur les fibres dès leur formation, caractérisé en ce que le centrifugeur est réalisé en un matériau à faible conductivité thermique.
- 10 2. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que le centrifugeur est réalisé en un matériau polymère organique.
3. Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que le matériau polymère organique est un nylon chargé
15 dont la conductivité thermique est inférieure à 0,3 W/Km.
4. Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le centrifugeur comporte une bande périphérique amovible.
5. Dispositif selon la revendication 4, caractérisé en
20 ce que la bande amovible est fixée par vis entre les parties supérieure et inférieure du centrifugeur.
6. Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que des canules métalliques définissant les orifices sont insérées dans des trous de la
25 bande périphérique.
7. Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les orifices sont disposés sur une seule rangée sur toute la périphérie de la bande.
- 30 8. Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la vitesse périphérique du centrifugeur est comprise entre 30 et 60 m/s et, de préférence, entre 45 et 50 m/s.
9. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en
35 ce que le diamètre du centrifugeur est de 600 mm.
10. Application du dispositif de fibrage selon l'une des revendications précédentes au fibrage de résines "résols".

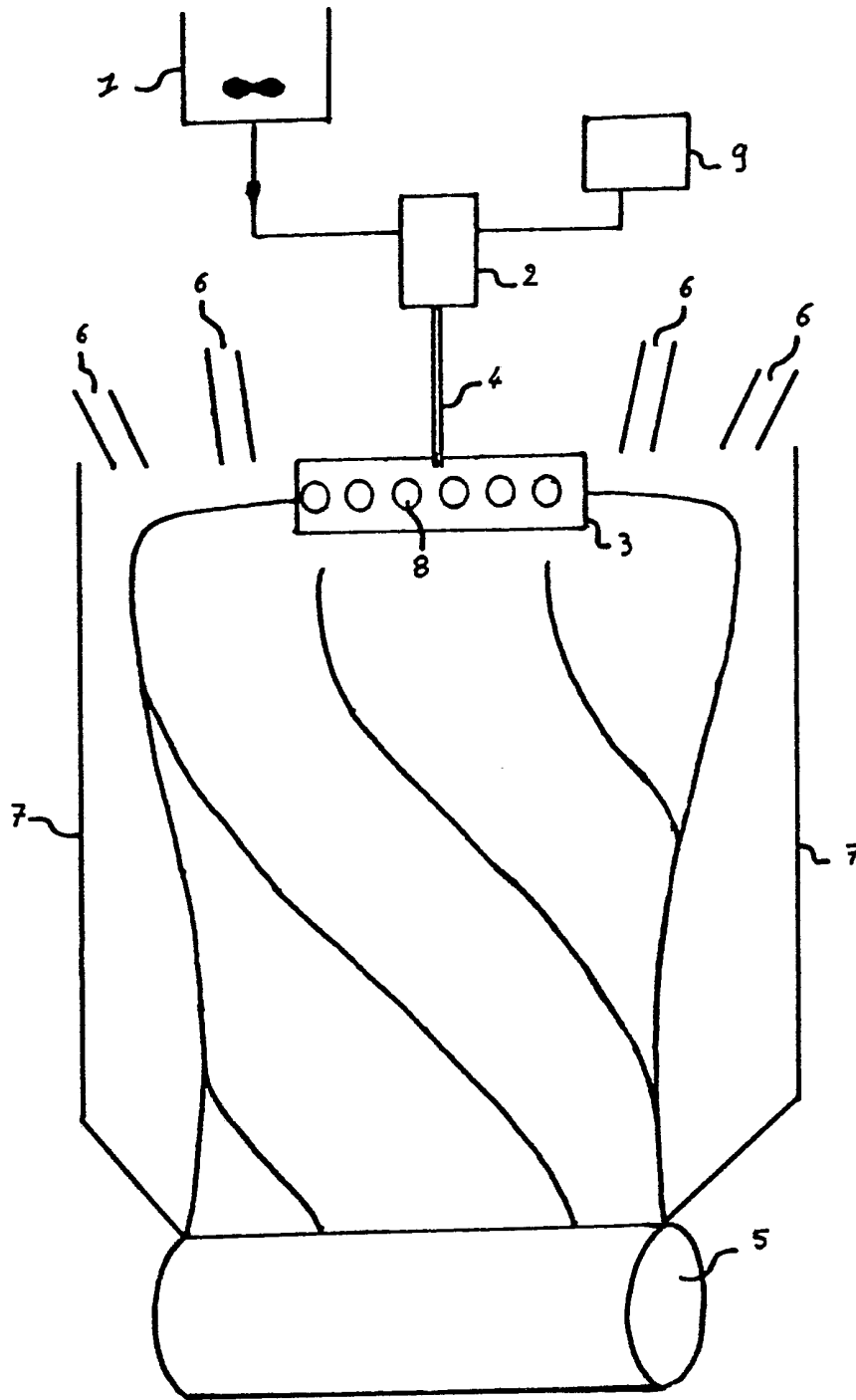


Figure 1

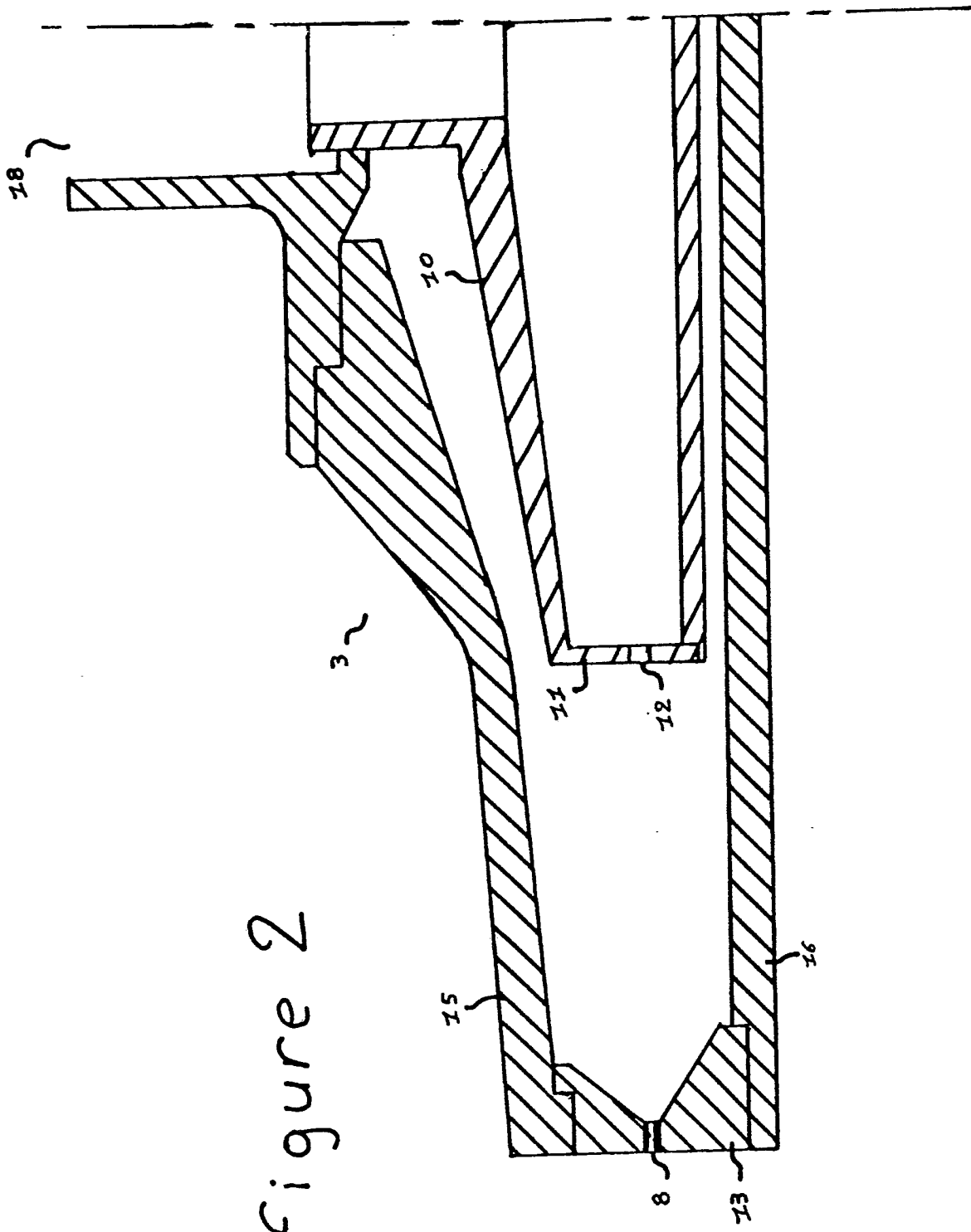


Figure 2

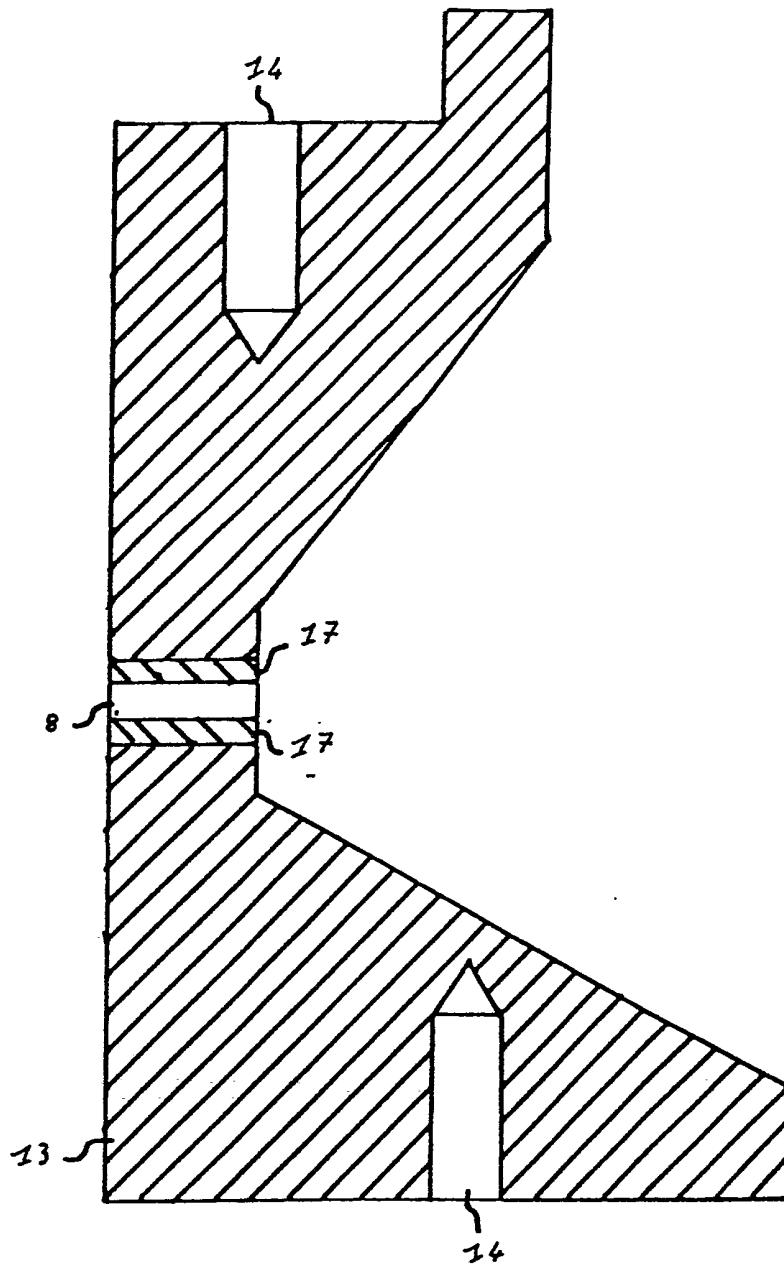


figure 3