

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2004-504251
(P2004-504251A)

(43) 公表日 平成16年2月12日(2004.2.12)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C04B 32/00	C O 4 B 32/00	A 4 G O 2 1
C03C 25/10	C O 4 B 32/00	B 4 G O 6 0
C04B 32/02	C O 4 B 32/02	Z
// C03B 37/04	C O 3 C 25/02	N
	C O 3 B 37/04	
審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 46 頁)		

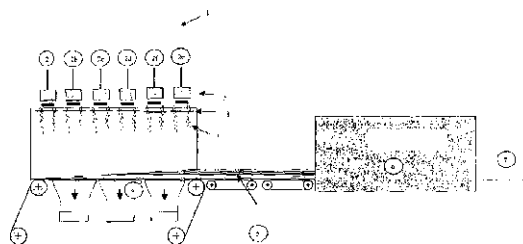
(21) 出願番号	特願2002-512085 (P2002-512085)	(71) 出願人	502425053 サンゴバン イソベ
(86) (22) 出願日	平成13年7月12日 (2001.7.12)		フランス国, エフ-92400 クルブボ
(85) 翻訳文提出日	平成15年1月8日 (2003.1.8)		ワ, アブニュ ダルサス, 18
(86) 国際出願番号	PCT/FR2001/002285	(74) 代理人	100077517
(87) 国際公開番号	W02002/006177		弁理士 石田 敬
(87) 国際公開日	平成14年1月24日 (2002.1.24)	(74) 代理人	100092624
(31) 優先権主張番号	00/09267		弁理士 鶴田 準一
(32) 優先日	平成12年7月13日 (2000.7.13)	(74) 代理人	100123593
(33) 優先権主張国	フランス (FR)		弁理士 関根 宣夫
		(74) 代理人	100082898
			弁理士 西山 雅也
		(74) 代理人	100081330
			弁理士 樋口 外治

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ミネラルウールに基づく断熱/遮音生成品

(57) 【要約】

本発明は、グラスウール又はロックウールのようなミネラルウールに基づく断熱及び/又は遮音生成品に関する。この生成品の外側表面の少なくとも一部は被覆されておらず、この外側表面の少なくとも一部分は、少なくとも1種の界面活性剤を含有する軟化組成物によって表面処理されている。本発明は、このような断熱及び/又は遮音生成品を製造する方法及び装置にも関する。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

グラスウール、ロックウール又は玄武岩ウール型のミネラルウールに基づく断熱及び/又は遮音生成品であって、前記生成品の外側表面の少なくとも一部が被覆されていないこと、及び前記外側表面の少なくとも一部分が、少なくとも1種の界面活性剤を含有する軟化組成物によって表面処理されていることを特徴とする、断熱及び/又は遮音生成品。

【請求項 2】

少なくとも10mm、特に最大5mmの厚さまで、前記軟化組成物で表面処理されていることを特徴とする、請求項1に記載の断熱及び/又は遮音生成品。

【請求項 3】

処理された表面における前記軟化組成物の保持量が、少なくとも 0.1 g/m^2 、特に最大 5 g/m^2 であることを特徴とする、請求項1又は2に記載の断熱及び/又は遮音生成品。

10

【請求項 4】

前記生成品を処理するのに使われる軟化組成物が、液体状、ペースト若しくはゲル状、好ましくは水性相に混和性又は分散性の液体状、ペースト状若しくはゲル状、又は固体状、好ましくは水性相に可溶の固体状であることを特徴とする、請求項1～3のいずれかに記載の断熱及び/又は遮音生成品。

【請求項 5】

前記軟化組成物が、少なくとも1つの局在又は非局在正電荷を有する少なくとも一種のカチオン性界面活性剤を含有することを特徴とする、請求項1～4のいずれかに記載の断熱及び/又は遮音生成品。

20

【請求項 6】

前記軟化組成物が、少なくとも1種の非イオン性界面活性剤/軟化剤、特に任意にミネラルオイルエマルジョンと組み合わせられる、脂肪族エステル、グリセロールモノステアリン酸のようなグリセロール誘導体、パラフィン系エマルジョンに属する少なくとも1種の非イオン性界面活性剤/軟化剤を含むことを特徴とする、請求項1～5のいずれかに記載の断熱及び/又は遮音生成品。

【請求項 7】

前記カチオン性界面活性剤が、脂肪酸若しくは脂肪酸誘導体に基づく1又は複数の鎖、及び局在又は非局在正電荷を持ちうる少なくとも1つの窒素含有基を含み、好ましくは第4級アンモニウム塩、イミダゾリウム塩及びアミノオキシド誘導体又は酢酸アミドアミンから選ばれる窒素含有基を含むことを特徴とする、請求項5に記載の断熱及び/又は遮音生成品。

30

【請求項 8】

略平行六面体形のフェルトであって、両方の主要面が被覆されておらず、且つ少なくともその一方の面が軟化組成物によって処理されているか、又は主要面の一方が被覆されておらずに軟化組成物で処理されており、且つ他方の主要面が外装で被覆されていることを特徴とする、請求項1～7のいずれかに記載の断熱及び/又は遮音生成品。

【請求項 9】

シェル状、ステイブ状又はセグメント状であることを特徴とする、請求項1～7のいずれかに記載の断熱及び/又は遮音生成品。

40

【請求項 10】

密度が 40 kg/m^3 若しくはそれ未満、又は 40 kg/m^3 より大きく 160 kg/m^3 以下であることを特徴とする、請求項1～9のいずれかに記載の断熱及び/又は遮音生成品。

【請求項 11】

ミネラルウールが厚み全体に渡ってサイジング組成物を有し、好ましくはその被覆されていない外側表面の少なくとも一部に対応する表面領域、特に軟化組成物によって処理される領域に対応する表面領域におけるサイジング組成物保持量が少ないことを特徴とする、

50

請求項 1 ~ 10 のいずれかに記載の断熱及び / 又は遮音生成品。

【請求項 12】

被覆されていない外側表面の少なくとも一部に対応する表面領域、特に軟化組成物によって処理される領域に対応する表面領域において、ミネラルウールが、前記断熱及び / 又は遮音生成品の厚みの残りの部分の繊維と比較して寸法の異なる繊維、特により長い及び / 又は半径の小さい若しくはマイクロネア値が小さい繊維を有することを特徴とする、請求項 1 ~ 11 のいずれかに記載の断熱及び / 又は遮音生成品。

【請求項 13】

前記断熱及び / 又は遮音生成品を、ミネラルウール製造ラインにおいて軟化組成物で処理することを特徴とする、内部遠心法によって請求項 1 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の断熱及び / 又は遮音生成品を製造する方法。

10

【請求項 14】

前記断熱及び / 又は遮音生成品を、繊維化手段から放出される繊維の受け手段よりも下流で、好ましくはオープン型のあらゆる熱処理 / 調節手段よりも上流で、軟化組成物によって処理することを特徴とする、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 15】

前記断熱及び / 又は遮音生成品を、液相、特に実質的に水性相の軟化組成物で、噴霧、塗布又は浸漬処理することを特徴とする、請求項 14 に記載の方法。

【請求項 16】

前記液相の軟化組成物の濃度が、前記液相に対して 0.5 ~ 10 重量%、特に 2.5 ~ 5 重量%であることを特徴とする、請求項 15 に記載の方法。

20

【請求項 17】

前記断熱及び / 又は遮音生成品が連続するフェルトであり、コンベアベルト型の搬送手段で搬送されている間に、搬送面の上方及び / 又は下方に位置し、好ましくは搬送軸に略直角に位置する少なくとも 1 つの噴霧ブームを使用して、前記断熱及び / 又は遮音生成品を処理することを特徴とする、請求項 13 ~ 16 のいずれかに記載の方法。

【請求項 18】

複数の一連の繊維化手段を含む製造ラインにおいて、最初及び / 又は最後の繊維化手段から放出される繊維にのみ、前記繊維が前記繊維化手段に対応する受け手段に受け取られる前、好ましくは任意の前記繊維へのサイジング組成物の堆積前、堆積中又は堆積後に、液相、特に本質的に水性相の軟化組成物を噴霧して、断熱及び / 又は遮音生成品を処理することを特徴とする、請求項 13 に記載の方法。

30

【請求項 19】

前記軟化組成物の噴霧を、サイジング組成物を繊維に噴霧するのに使用する噴霧リングによって、又は別の噴霧リングによって行うことを特徴とする、請求項 18 に記載の方法。

【請求項 20】

複数台の連続する繊維化手段を含む製造ラインを使用し、ここで前記繊維化手段のそれぞれが、

軸、特に垂直軸の周りを回転可能なスピナーで、周辺バンドに複数の孔が開けられているスピナー、

40

環状バーナーの形の高温ガス発生手段、

繊維の寸法を調整 / 調節するための、吹き出しリングの状の空気式手段、

を有すること、並びに

第一及び / 又は第二の繊維化手段の吹き出しリングから噴出するガスの圧力を、他の繊維化手段のリングからのものより、特に少なくとも 20% 減少、好ましくは 30% ~ 50% 減少させ、その結果特に、断熱及び / 又は遮音生成品が、少なくとも被覆されていない外側表面において、比較的長い繊維を有すること、

を特徴とする、請求項 13 ~ 19 のいずれかに記載の方法。

【請求項 21】

複数台の一連の繊維化手段を有する製造ラインを使用し、ここで前記繊維化手段のそれぞれ

50

れが、

軸、特に垂直軸の周りを回転可能なスピナーであって、周辺バンドに複数の孔が開けられているスピナー；

環状バーナーの形の高温ガス発生手段；

繊維の幾何学形状寸法を調整／調節するための、吹き出しリングの状の空気式手段；

を具備すること、並びに

最初及び／又は最後の繊維化手段の環状バーナーから噴出するガスの圧力を、他の手段のバーナーからのものより、特に約10～25%増大させ；及び／又は

最初及び／又は最後の繊維化手段のスピナーの孔の数が、他のスピナーより、特に15～25%多く、その結果特に、断熱及び／又は遮音生成品が、少なくとも被覆されていない外側表面に、より直径の小さい若しくはマイクロネア値の小さい繊維を有すること；

10

を特徴とする、請求項13～20のいずれかに記載の方法。

【請求項22】

複数の一連の繊維化手段を有する製造ラインを使用し、ここで前記繊維化手段から放出される繊維に、繊維がしかるべき受け手段に達する前に、サイジング組成物を噴霧すること、並びに最初及び／又は最後の繊維化手段から放出される繊維に、比較的少量のサイジング組成物、特に少なくとも10%又は20%少ないサイジング組成物を噴霧して、その結果特に、断熱及び／又は遮音生成品の、少なくとも被覆されていない外側表面のサイジング剤保持量はその内側よりも少量であることを特徴とする、請求項13～21のいずれかに記載の方法。

20

【請求項23】

内部遠心法によってミネラルウールを製造するラインを有し、前記ラインが一連の複数の繊維化手段、前記繊維化手段から放出される繊維を受け／搬送する1又は複数の手段、及びオープン型の1又は複数の熱処理／調節手段を有する装置であって、更に液相の軟化組成物を、ミネラルウールフェルトの上側面及び／又は下側面に、特にミネラルウールフェルトが未だ連続するウェブ状であるときに、噴霧するための少なくとも1つの噴霧ブームを、ラインの受け手段の下流で、好ましくは熱処理／調節手段の上流に有することを特徴とする、請求項1～12のいずれかの断熱及び／又は遮音生成品の製造、又は請求項13～22のいずれかの方法の実行のための装置。

30

【請求項24】

連続するウェブ状で搬送面を進行するフェルトの上側面に噴霧する少なくとも1つの噴霧ブームを有し、前記ブームがフェルト上側面の上方に、その進行軸を横切るようにして配置されていることを特徴とする、請求項23に記載の装置。

【請求項25】

フェルト搬送面の下方に位置する、軟化組成物を噴霧するためのブームを有することを特徴とする、請求項24に記載の装置。

【請求項26】

前記ブームが供給パイプを備え、この供給パイプが、パイプ全長に渡って均一に配置され、且つ好ましくは平面状あるいは円錐状に広がる、液の噴流を生み出すことができる噴霧ノズルを有することを特徴とする、請求項23～25のいずれかに記載の装置。

40

【請求項27】

より早い施工で断熱／遮音を得るための、請求項1～12のいずれかの断熱及び／又は遮音生成品、又は請求項13～22のいずれかの前記断熱及び／又は遮音生成品を得る方法の使用。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、ミネラルウール、特にグラスウールに基づく断熱／遮音（絶縁）生成品に関する。また、本発明はロックウール又は玄武岩ウールにも適用される。

【0002】

また、本発明はこれらを得る方法、特に遠心分離と呼ばれるプロセスを使用する方法に関

50

する。従来から知られるこの方法では、熔融ガラスを繊維化用ディッシュとも呼ばれるスピナーに流し入れ、高速で回転し、周囲の多数の孔を通してガラスを遠心力によってフィラメント状で放出させる。その後これらのフィラメントに、スピナーの壁を包む高温ガス的高速の環状流れを作用させ、このガス流れによってフィラメントを減衰させ、繊維状にする。作られた繊維はこのガス噴射によって、一般にはガス透過性ベルトである受取装置へ運ばれる。この工程の更なる詳細は、特にヨーロッパ特許EP-0,189,354号及びEP-0,519,797号を参照するとよい。

【0003】

本発明は、より詳細には、いかなる限定も暗示するものではないが、いわゆる「軽量」断熱及び/又は遮音生成品、すなわち概して最大 40 kg/m^3 の密度を有する生成品に関する。また本発明はより高い密度の生成品、特に $40\sim 160\text{ kg/m}^3$ の密度の生成品にも適用できる。本発明はこのようなタイプの断熱及び/又は遮音生成品であって、少なくとも外側表面の一部がむきだしになっている生成品、すなわち金属フィルム/プラスチックフィルム/紙シートタイプの外装又は多層外装で覆われていない生成品を意図している。

10

【0004】

これらの生成品は、大抵は長方形断面の様々な大きさのパネルであり、古い絶縁建造物及び新しい絶縁建造物、又は絶縁パイプに広く使われている。現場で施工する場合には、これらを様々に扱わなければならない。使用者は、例えば屋根の垂木の間これらを強制的にはめ込むために、表面に圧力をかけなければならないことがよくある。パイプの絶縁、壁や屋根用の木材の骨組みの絶縁、又金属構造体の絶縁、例えば産業建造物(後者のタイプの絶縁建築は、米国ではしばしば金属建造物絶縁、又はMBIと称される)の場合も同じである。これらのミネラルウール生成品の表面に繰り返し触れることは、外装がない場合、使用者にとっていささか不快である。

20

【0005】

従って本発明の目的は、この欠点を避け、このような生成品の施工をより快適にし、触りやすくしようとするにある。

【0006】

また本発明は、これらの生成品の他の特性、特に断熱特性及び機械的特性に実質的に影響を与えずに、この目的を達成しようとするものである。

30

【0007】

また本発明は、産業生成品への要求を考慮しており、特に簡単に採用でき且つ使用に応用が利く手段を使用して、この目的を達成しようとするものである。

【0008】

本発明の課題は、第一に、グラスウールタイプのミネラルウールに基づく断熱/遮音生成品である。ここでこの生成品は、少なくとも外側表面の一部が被覆されておらず、この表面の少なくとも一部が、少なくとも1種の界面活性剤を含有する軟化組成物によって表面処理されている。

【0009】

本発明は、ミネラルウール生成品の感触を改善する簡単で経済的で有効な方法である。驚くべきことに、生成品の表面に、例え少量でもまたごく浅くとも、界面活性剤が存在することで、感触に非常に大きな影響があり、とても柔らかい感じになり、あたかも生成品表面を滑らかにしたようになる。界面活性剤は既に多くの分野で使用されており、特に繊維産業において布地のサイジング処理や仕上げに使われている。しかし、織物のように各繊維が組織化されていない生成品又は「厚い」生成品に、このような効果があることは予測できなかった。このような効果が得られる理由は完全には解明されていない。おそらく繊維表面に界面活性剤が吸着され、この「被覆」によって繊維同士の摩擦が減少し、それによって繊維への触れたときに柔らかいと感じると考えられる。

40

【0010】

本発明のように生成品の表面だけを処理することは、下記の三つの大きな利点を有する。

50

【0011】

第一に、求められる効果を得るためには、材料の厚み方向全体に界面活性剤が存在する必要があることが示される；

第二に、生成品の一部のみを、例えばラインの最後において、芯まででなくいずれかの表面について処理することは、より簡単であり費用も安い；

第三に、活性要素、すなわち界面活性剤が架橋していないサイジング組成物に不相溶である軟化組成物を、生成品表面に塗布することが可能である。

【0012】

上記の理由により、有利には生成品を軟化組成物で浅く、特にせいぜい10mm、好ましくはせいぜい5mm、例えば1~3mmの深さで処理すればよい。

10

【0013】

このように処理された生成品表面の軟化組成物保持量は、好ましくは処理された表面1m²当たり少なくとも0.1g、特に最大5g/m²、例えば0.2g/m²~1g/m²である。従って、ごく控え目な保持量で、望ましい効果を得るのに十分であり、この量では対象となる生成品の外観や化学的性質をはっきりと変えてしまうことはない。

【0014】

有利には軟化組成物は、液体、ペースト又はゲルの形、好ましくは水相に対して混和性の液体、ペースト又はゲルの形で使用し、又は固体(粉末又はフレーク)の形、好ましくは水相に溶解/分散可能な固体(粉末又はフレーク)の形で使用される。これによれば下記に詳細を説明するように、処理する生成品の表面にスプレーできるように、組成物は容易

20

【0015】

好ましい実施態様によれば、軟化組成物は、カチオン性界面活性剤群の少なくとも1種の界面活性剤を含有し、これはより効果的である。本発明の文脈においては、「カチオン性界面活性剤」という言葉は、局在正電荷を有する界面活性剤(「真の」カチオン塩、例えばアミドアミン又はイミダゾリニウム塩)のみを意味するのではなく、非局在電荷を有する界面活性剤(例えば、アミノオキシド等)も意味する。この群の中で、脂肪酸又は脂肪酸誘導体をベースとする1又は複数の鎖を有し、局在又は非局在の正電荷を保持できる1又は複数の窒素含有基を含む生成品が特に好ましい。これらの基は、第1級アミン類、第2級アミン類、第3級アミン類、第4級アンモニウム類又はアミノオキシド類であつても

30

【0016】

最も有益な界面活性剤は、例えば第4級アンモニウム塩、又は脂肪鎖を有するイミダゾリニウム塩(例えばアセテート型対イオンを有するもの)、又は脂肪鎖を有するアミノオキシド(例えば、ステアリルジメチルアミノオキシド)で、酸素と窒素の間に配位結合を有するものである。

【0017】

脂肪鎖(炭化水素)は脂肪酸誘導体であり、飽和している場合にはC₃(C₂)_nCOOH型である。不飽和脂肪酸もある。本発明において誘導体が界面活性剤組成物で使用できる脂肪酸の例は、下記のものである：

40

ステアリン酸 C₃(C₂)₁₆COOH

ラウリン酸 C₃(C₂)₁₀COOH

パルミチン酸 C₃(C₂)₁₄COOH

ミスチン酸 C₃(C₂)₁₂COOH

【0018】

オレイン酸又はリノール酸のような不飽和脂肪酸にも言及することもできる。脂肪酸は大抵直鎖に限られる。しかし、本発明ではこの言葉は、分岐した炭素鎖も包含する。

【0019】

50

これに代えて又は組み合わせて、1又は複数の非イオン性界面活性剤/軟化剤を使用することもできる。これらは、特に脂肪族エステルに属し、例えばコグニス・コーポレーション(Cognis Corporation)のBELLSOFT 7777(以前のヘンケル・コーポレーション(Henkel Corporation)のEMERSOFT 7777)等である。モノステアリン酸のグリセロールのようなグリセロール誘導体でもよく、これは例えばコグニス・コーポレーションのKTAX 668(以前のヘンケル・コーポレーションのSONOSTAT 668)等がある。パラフィン系エマルションでもよく、これは例えば旧サンド・ケミカル・コーポレーション(Sandoz Chemical Corporation)であるクラリアント・コーポレーション(Cleariant Corporation)のSANDOLUBE NVS-A等がある。1又は複数のこれらの剤とミネラルオイルエマルションとの混合物でもよく、これは例えばMULREXの名で販売されているもの等がある。

10

【0020】

本発明は、密度が最大 40 kg/m^3 の「軽量」生成品に特に適しているが、重量生成品、例えば 160 kg/m^3 までの生成品にも適用することができる。本発明が対象とする断熱及び/又は遮音生成品は、特に1998年8月のフランス規格NFB 20-001に挙げられているものである。これらは特に「フェルト」、すなわち一般に $20\sim 200\text{ mm}$ 厚の「ロール」又は「シート」の形で供給されるサイズを変えられるミネラルウールである。一方の面を外装で覆われた軽くサイジング処理をされたミネラルウールに基づく「ステッチド・ブランケット」、又は剛性若しくは半剛性のサイジング処理されたミネラルウールに基づく「パネル」でもよい。これらの生成品は全て、一般にほぼ平行六面体である。

20

【0021】

本発明は、異なる幾何学的形状の生成品、例えば台形断面の平面部品である「セグメント」等にも適用できる。「シェル」(1又は2つの部品を含む環状筒)又は「ステイブ」(断面が環状部である筒の一部)として知られる絶縁パイプ用の生成品にも適用できる。一般に、本発明の文脈及び以下の文章において、簡略化のために、「フェルト」という言葉が使われた場合でも、上記の類似生成品をも推定して含むこととする。

【0022】

これらのほぼ平行六面体の生成品に関しては、フェルトの両方の主要な面がむき出しであり、少なくとも一方の面、好ましくは両方の面に、本発明による処理を行うことができる。主要な面の一方が外装で覆われており、他方の面に本発明による処理を行うこともできる。

30

【0023】

周知の通り、本発明の対象とする断熱及び/又は遮音生成品は、好ましくはその厚み全体に渡ってサイジング組成物を有し、その機能により、繊維間結合を作り出すことによって生成品の結合を確実にしている。サイジング組成物は、一般にフェノール、ホルムアルデヒド及び尿素をベースとする樹脂を含む。発明者は、このサイジングは非常に有効だが、表面にやや堅く、脆い感触を与えてしまうことに気付いた。

【0024】

断熱及び/又は遮音生成品の感触を更に改善するための、本発明の第一の補完的任意手段では、ミネラルウールに厚み全体に渡ってサイジング組成物を付与するようにしたが、その被覆されていない外側表面の少なくとも一部に対応する生成品の表面領域ではその保持量を少なくした。より有利には、このサイジング組成物を減少させた表面領域が、本発明による軟化組成物で処理した表面領域と一致するとよい。生成品のサイジング組成物保持量を、結合に悪影響を与えない程度に十分に減少させると、より快い感触が得られる。これは、本発明の主要手段、すなわち軟化組成物の使用と、補助的任意手段、すなわち表面のサイジング剤保持量の低下との間の一種の相乗効果である。より少ないサイジング処理をされた表面繊維は、軟化組成物によって被覆されやすく、その結果、繊維間結合を軟化するという機能をより良く果たす。

40

50

【0025】

生成品の感触を改善するための第二の補完的任意手段（第一手段と組み合わせても良い）は、少なくとも1つの被覆されていない表面領域、特に軟化組成物によって処理されている部分の繊維自体の寸法を変えることである。より長い繊維を有することにより、感触は更に改善される。これを説明する1つの前提は、より長い繊維では、生成品に手が触れるときに感じる「引っかかり」点となる端部が全体として少ないことである。表面においてのみ繊維の寸法を変えても、標準の断熱及び/又は遮音生成品の機械的特性を維持できる。

【0026】

生成品の感触を改善するための第三の補完的任意手段（前の2つの手段と組み合わせても良い）は、生成品の少なくとも1つの被覆されていない表面領域、特に軟化組成物によって処理されている表面領域の繊維自身の直径を変えることである。細くした繊維では感触が更に改善されることが分かっている。これを説明する1つの前提は、細くされた繊維（より小さいマイクロネア（Micronaire）値を有する）はより柔軟性があり、その結果、感触がより心地よい。表面繊維を細くすると、生成品全体の断熱能性にも好ましい影響がある。

10

【0027】

上記の、第一、第二及び第三の任意手段は、生成品の表面厚み数ミリメートル～3又は4センチメートルに行うことができる。

【0028】

本発明は、この第一及び/又は第二及び/又は第三任意手段を、軟化組成物での処理と関係なく使用した生成品にも関する。また、これらの特徴を得る工程にも関する。この工程は、軟化組成物での生成品の処理工程と独立に、下記に説明する。

20

【0029】

本発明の課題はまた、内部遠心法による上記生成品の製造法である。この方法では、この生成品を、実際にミネラルウールを製造するラインにおいて軟化組成物によって処理する。連続するオンライン処理は、産業的な立場からは明らかに有利である（しかし、一方で、本発明は完成生成品に対するオフライン処理を除外しない。生成品を液体又は非液相の組成物で処理する場合、屋外での又は加熱手段を利用する乾燥後処理工程が必要となる可能性がある）。

30

【0030】

本発明の実施に好ましい方法によれば、繊維化手段からでてくる繊維の受け手段の下流で、特に繊維をオープン型の熱処理手段によって処理する直前に、生成品を軟化組成物で処理する。

【0031】

本出願の序文で引用した特許に詳細が説明されるように、内部遠心法によってグラスウールを製造するラインは、一般に複数の一連のスピナーを含む。遠心力の効果によってそこから放出される繊維は、吸引ベルト型の受け手段に集められる。各スピナーから放出される繊維は、ベルトの上に連続した層になって積み上がり、オープン及び/又は成形ローラを通る。オープンを通る際に行われる熱処理により、スピナーの下で繊維が集められる前に繊維上に噴霧されたサイジング組成物を乾燥、架橋及び硬化することが可能となる。

40

【0032】

少なくとも一度でも繊維がウェブ状に集められることがあれば、オープンに入れる直前に軟化組成物で生成品を処理することは有利である。そうであれば、生成品表面のみの処理を行うことができ、熱処理で液相を乾燥できる。ここでこの液相は、軟化組成物を溶解/分散させること（固体又はペースト状の場合）、又は希釈/分散すること（液体状又はゲル状の場合）ができ、これによって例えば噴霧して適用できる。液相は、好ましくは本質的に水性相である。噴霧処理の代わりに、塗布又は浸し塗り型の適用方法を選択することもできる（生成品を移動させ、それによって塗布用ロールに表面を接触させること又は一部を槽に浸すことによる）。

50

【0033】

液相での軟化組成物の濃度は、前記液相に対して、好ましくは0.5～10重量%、特に2.5～5重量%である。

【0034】

この液相の組成物を適用する最も簡単な方法は、断熱及び/又は遮音生成品がまだフェルト状であり、連続するウェブがコンベアベルト型の搬送手段上を運ばれている際(上述の様に、特にオープンに入る直前)にこれを噴霧することである。これによれば、搬送面上方及び/又は下方に位置する噴霧ブームを使用することができる。噴霧ブームは、フェルトの進行軸にほぼ垂直に位置することが有利である。搬送面が処理区間でほぼ水平、若しくはわずかに傾斜している場合、搬送面上方に位置する噴霧ブームがフェルトの上側面を処理する。下側面を処理するには、フェルトが局所的に支持されていない区間において、必要であればコンベアベルトを休止し、搬送面下方に位置するブームが下側面に組成物を噴霧できるようにする。他の型の搬送手段、特にチェーンを有するものを使用する場合、これは不必要となる。

10

【0035】

本発明による断熱及び/又は遮音生成品は、下記のように製造ラインの更に上流若しくは更に下流で処理することも可能である：

【0036】

更に下流の場合、オープン型の熱処理手段の後であって、フェルトがまだ連続したウェブ状のとき又は切断されてから、軟化組成物を噴霧してもよい。生成品は、最終厚みを定める成形手段を通過してから処理してもよい。この場合、生成品を乾燥させて、液相を蒸発させる必要がある場合がある。これは、生成品を貯蔵/包装する前に一定時間屋外に置いておくこと、又はこのための加熱手段を使用して生成品を乾燥させることによって行う。

20

【0037】

更に上流の場合、既に成形されたフェルトにではなく、繊維化手段直後の繊維に対して、これが受け手段に集められる前に、液相の軟化組成物を噴霧することが可能である。しかしこの場合、生成品が表面のみ処理されるように、ラインの最初及び/又は最後に繊維化手段から放出される繊維にのみ、この噴霧を行う(「最初」及び「最後」は、吸引コンベアベルトの受け手段上に収集される繊維の最初のシート及び繊維の最後のシートを作り出すスピナーを意味すると理解すべきである。これらのシートは、フェルトが成形された時に上側面及び下側面の表面層となる。)

30

【0038】

軟化組成物は、サイジング組成物を噴霧するのに使われるものと同じ型の噴霧リングを使って噴霧してよい。これら二つの組成物は連続して(サイジング組成物の後に軟化組成物、あるいはその逆)又は同時に噴霧してよい。サイジング組成物に軟化組成物を添加することにより、単一の噴霧手段を用いることも可能である。事前に混合せずに、サイジング組成物を噴霧するリングに軟化組成物を注入することも可能である。あるいは、軟化組成物の噴霧には別の噴霧リングを使用することも可能である。

【0039】

上述のように、本発明の第一任意手段は、最終生成品の表面領域でより少ないサイジング剤を使用することである。このためには、実際に最初及び/又は最後の繊維化手段から放出される繊維上に、他のすべての繊維化手段から放出されるものに対するよりも少量のサイジング組成物を噴霧することが可能である。例えば、少なくとも10～20%程度減少させてよい。

40

【0040】

これも上述のように、本発明の第二及び第三の任意手段は、最終的な断熱及び/又は遮音生成品の表面繊維が異なる寸法を有するようにすること、すなわち細くされた繊維及び/又はより長い繊維になるようにすることからなる。

【0041】

これを達成する方法の1つは、前述の場合のように、ラインの「最初」及び/又は「最後

50

」の繊維化手段の操作パラメータを、最終生成品の表面層にのみに影響するように変えることである。この繊維化手段が、従来の構造を採用している場合、下記のものを含む：軸、特に垂直軸の周りを回転可能なスピナーであって周辺バンドに複数の孔が開けられているスピナー、環状バーナーの形の高温ガス発生手段、吹き出しリング状の空気式繊維調整手段。

【0042】

特に最初及び/又は最後の繊維化手段の1つの繊維化パラメータを変化させることができる。すなわち吹き出しリングから噴出するガスの圧力を変えることができる。

【0043】

このように、吹き出しリングから噴出するガスの圧力を、ラインの他の吹き出しリングと比べて低くすることが可能である。特に他のリングからの圧力と比較して、少なくとも20%減少、好ましくは30%~50%減少させることが可能である。これは、圧力を低くすると繊維が切断されることが減り、長さを保つからである。

【0044】

繊維を細くする(マイクロネア値を減少させる)には、最初及び/又は最後の繊維化手段の他の二つのパラメータ、すなわち下記のどちらか又はこれらの組み合わせを変化させることが有利である：

環状バーナーの圧力；

スピナーの穴。

【0045】

環状バーナーの圧力を、例えば他のバーナーの圧力よりも10~25%以上高くすると、発生するガスの速度が上がり、その結果より細い繊維とすることができる。スピナーのディッシュの孔数を、例えば他のディッシュの孔数より15~25%以上多くすることもできる。バーナーの圧力を他のディッシュを同じに保っていても、同様に繊維を細くする傾向が現れる。

【0046】

ラインの全ての繊維化手段を同じ繊維化パラメータでは動作させないことが、非常に有利な概念である。

【0047】

有利な点は明らかである。生成品に新規な表面特性を与えること、異なる外観を与えること、並びに表面繊維の化学的及び/又は幾何学的性質を変えることができる。一方で、従来の繊維化パラメータを保持して生成品の芯を形成し、既知の全体としての特質からは、ほとんど逸脱しないようにする。更に、製造ラインの動作は完全に従来通りとし、本発明の産業上の実施に大きな変更は要しない。

【0048】

また、本発明の課題は、様々な形式の選択肢を有する上記の生成品を製造する装置又は上記の工程の実施する装置にもある。

【0049】

断熱及び/又は遮音生成品を軟化組成物で処理するために、装置は、既に述べたように、1又は複数の噴霧ブームを有することができる。好ましくはブームは、その全長に渡って均一に噴霧ノズルが分布する供給パイプを有する。これらのノズルは、好ましくは「平ら(フラット)」(円錐状でない)に広がる液の噴流を生み出すことができる。噴流は円錐形を選択してもよい。斜面と処理する生成品との相対的配置を調整して、噴流が生成品上方又は生成品上に当たり、それによって軟化組成物を生成品の全表面に、十分且つ均一に含浸させることができる。

【0050】

本発明を、図を用いて更に詳しく下記に説明する。

【0051】

図は、検討しやすくするために、意図的にかなり概念的になっており、また大きさは示し

10

20

30

40

50

ていない。

【0052】

以下の限定的でない説明のための実施態様は、すべて密度約 $8 \sim 12 \text{ kg/m}^3$ で寸法 $60 \text{ mm} \times 80 \text{ mm} \times 120 \text{ mm}$ のグラスウールフェルトの製造に関する。これは、図1にかなり概念的に示された型の製造ラインで製造される。これらは、一方の面が（例えば）クラフト紙タイプの外装で被覆され、もう一方の面が本発明による処理によって感触を改善されているフェルトであってもよい。

【0053】

図1を参照すると、製造ライン1は一連の6台のスピナー2a、2b、2c、2d、2e及び2fを有し、そこから繊維3がトーラス（円環）状に排出される（製造ラインは一般に3～8台のスピナーを有する）。繊維は噴霧リング8によってサイジング処理された後、吸引コンベアベルト4上に収集される。コンベアベルトは、連続するウェブ状5の繊維を、成形ローラを有するオープンまで搬送し、そこで繊維上のサイズ剤を硬化させ、フェルト7を望ましい寸法及び厚みにする。オープンを離れた後、連続するウェブ状のフェルトをほぼ平行六面体のパネルに切断し、その後でロール状に梱包し、又は折り畳んだ若しくは折り置まないシート状に梱包する（ラインの最後は図示していない）。

本発明によれば、詳細が図3に示されるように、この従来の製造ラインに、水性相の軟化組成物30を、まだ連続するウェブ状で成形されていないフェルト32の上側面31に、架橋オープン33の直前で噴霧する工程が追加されている。

【0054】

この作業は、適切な溶液が供給され、且つノズル36が均一に配置されているパイプ35を有する噴霧ブーム34を使用して行われる（分かりやすいように、図面下方にブームの正面図を拡大して示してある）。これらのノズルは平面に広がる噴流を放出し、噴流はフェルト32の上側面31に接触する直前に互いに重なる。噴霧される液量及び噴霧圧力を調整して、溶液を生成品に数ミリ、特に1～2ミリ浸透させる。ブームは搬送ベルトの上方にほぼ水平に、フェルトの表面31から約50～80cm離して、進行軸を横切るように、ガントリー（図示しない）を使って配置する。

【0055】

図3中、矢印Iは製造ライン中で、選択的にあるいは組み合わせて、軟化組成物を適用することができる全ての区間を示す。矢印X及びYは、本発明による処理が行われる断熱及び/又は遮音生成品の表面を示す。

【0056】

噴霧される軟化組成物Aは、下記の組成を有する。

【0057】

水性相、及び

水性相の0.025重量%、0.05重量%及び0.1重量%のカチオン系界面活性剤。

ここで、この界面活性剤は90%の脂肪酸酢酸塩と10%の酢酸を含む。

この生成品は水溶性フレーク状である。

【0058】

酢酸塩は下記の化学式を有する：

$N - [2 [[2 - [[2 - [(2 - \text{アミノエチル}) \text{アミノ}] \text{エチル}] \text{アミノ}] - \text{エチル}] \text{アミノ}] \text{エチル}] - \text{オクタデカンアミド}$ 、分子式 $C_{26}H_{57}N_5O \cdot C_2H_4O_2$ のモノ酢酸（9C1）。

【0059】

実施例1

繊維化パラメータは従来の繊維化パラメータである。全スピナーを同じパラメータで操作し、フェノールホルムアルデヒド樹脂をベースとする標準のサイジング組成物を各スピナーの下噴霧リングを使用する公知の方法で噴霧する。

【0060】

試験は、生成品表面の界面活性剤保持量が処理表面 1 m^2 あたり 0.2 g になるようにし

10

20

30

40

50

て、軟化組成物 A を噴霧して行った。

【0061】

最終的に得られたパネルについて、組成物 A で処理すること以外は全て同じであるパネルとの比較を行った。

【0062】

生成品の感触に関する評価は、個人の判断を要するものであるので完全に客観的なものではない。試験では、10人に5つの生成品を対にして比較してもらった。各自はパネルの被覆されていない表面を触った後、0点又は1点をつける。0点の生成品は1点のものより不快であるとされる。集計及び統計的な計算を行った後、5つの生成品を、感触の柔軟性が低い順、又は高い順に並べる。本発明による生成品は全て、(評価試験は、処理生成品と未処理生成品を混ぜた「目隠し試験」で実行されたにもかかわらず)未処理の比較生成品によりも著しく感触が良くなったことが分かった。

10

【0063】

更に、この表面への浸透は本発明の生成品の機械的特性には影響しないことを確認した。圧縮後の厚み回復及び引張り強度は、比較生成品と比べて実質的な変化はなかった。

【0064】

実施例 2

実施例 1 のように生成品を処理することに加え、最後の繊維化手段、すなわち図 1 の 2 f の繊維化手段の繊維化パラメータを 1 つ変えた。

【0065】

図 2 にスピナー 2 f を詳細に示す。

20

【0066】

変化させたパラメータは吹き出しリング 20 の圧力であり、約 0.7 バールに下げる。他のスピナーの吹き出しリングは、ガス噴出圧力約 1.2 バールを維持している。

【0067】

このようなスピナーの動作は、前述の特許に既に記載されており、ここでは詳述しない。スピナーは高温ガスの高速噴流を出す環状バーナー 21 に囲まれていることが思い出される。スピナーのかなり下方に配置されるサイジングリングも図示しない。随意に、スピナー自体の下部を加熱する装置、磁気誘導リング 22 を使用する。吹き出しリングから放出されるガスの圧力低下を注意深く制御することが好ましい。これは、大きく低下しすぎると、スピナーから出る繊維のトラスを拡大し、それによって繊維がインダクタ 22 に接触するという、当然に避けるべき事態を起こす危険が生じることによる。

30

【0068】

本発明のこの実施例によって得られたパネルは、実施例 1 によるパネルよりもより快い感触であると判断された。これはおそらく、スピナー 2 f によって作られた繊維、すなわちフェルトの上側面層を形成する繊維が、フェルトの他の部分の繊維よりも長いことによる。

【0069】

実施例 1 の場合と同様に、このように表面の変化が加わっても、最終生成品の機械的特性が著しく低下することはない。これは、一台のスピナーによって作られたミネラルウール層、すなわち生成品の最終的な厚みの 6 分の 1 にのみ影響を与える(生成品の全厚みに対して、より厚く又はより薄く、例えば全厚みの 3 分の 1 ~ 10 分の 1 を処理するようにしてもよい)

40

【0070】

実施例 3

本実施例は、実施例 1 に加えて、スピナー 2 f から出る繊維に噴霧するサイジング剤の量を変えて、約 20% (重量%) 少ないサイジング剤を噴霧する。

【0071】

ここでもまた、生成品の機械的特性又はその結合に目立った負の影響を与えることなく、実施例 1 で得られたものより少し柔らかいフェルトが得られることが分かった。今回は、

50

生成品の上側面は化学的な観点からすると、界面活性剤の添加による変化とサイジング剤の量を減らしたことによる変化との二重の改質を受けている。

【0072】

上記の例は1つのタイプのグラスウール製造ラインに関するものだが、本発明はそれに制限されない。スピナーがモジュールにまとめられ、ローラを使ってスピナーから放出される繊維を受け取る仕組みが設けられているラインで作られるグラスウールフェルトにも、本発明を同様に適用できる。この型のラインはヨーロッパ特許EP-B-0,406,107号に詳述されている。ここでは、各「モジュール」で「素材」が形成され、全素材が収集された後で、単一のフェルトの形でオープンに入る。これは、ロックウール又は玄武岩ウール、バインダーを有するあらゆる繊維、補強用のガラス系にも適用できる。

10

【0073】

結論として、本発明では、感触が柔らかい被覆されていないフェルトを得るための、組み合わせ可能な様々な手段を見い出している。多くの変形型が本発明の範囲に入る。従って、別の機能を有する添加剤（美的目的のための着色剤、撥水剤、カップリング剤等）や、他の界面活性剤を軟化組成物に添加することも可能である。処理された表面が、更に疎水性を有するようにしてもよい。異なる機能を有する数種の組成物で、例えば連続的にフェルトの処理をすることも考えられる。

【0074】

本発明は、外観や表面性質の変化を目的として、絶縁フェルトを化学品で処理するあらゆる表面処理に拡張可能である。また、遠心ローラを使った外部遠心型のような他の技術によって製造されるロックウールフェルトの処理も包含する。

20

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、内部遠心力によりグラスウールを製造するラインの概念図である。

【図2】図2は、前記ラインのスピナーの概念図である。

【図3】図3は、生成品が軟化組成物で処理される製造ラインの区分の概念図である。

WO 02/06177 A1



MC, NL, PT, SE, TR), brevet OAPI (BF, DI, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT

Publié :

— avec rapport de recherche internationale

WO 02/06177

PCT/FR01A/2285

PRODUIT D'ISOLATION THERMIQUE/PHONIQUE
A BASE DE LAINE MINERALE

5

La présente invention concerne des produits d'isolation thermique et/ou phonique à base de laine minérale, notamment à base de laine de verre. Elle s'applique aussi à la laine de roche ou de basalte.

- 10 Elle concerne également leur mode d'obtention, notamment par un procédé dit de centrifugation. Ce procédé consiste, de façon connue, à introduire un filet de verre fondu dans un centrifugeur, encore appelé assiette de fibrage, tournant à grande vitesse et percé à sa périphérie par un très grand nombre d'orifices par lesquels le verre est projeté sous forme de filaments sous
- 15 l'effet de la force centrifuge. Ces filaments sont alors soumis à l'action d'un courant annulaire d'étirage à température et vitesse élevées longeant la paroi du centrifugeur, courant qui les amincit et les transforme en fibres. Les fibres formées sont entraînées par ce courant gazeux d'étirage vers un dispositif de réception généralement constitué par une bande perméable aux gaz. Pour plus
- 20 de détails sur ce procédé, on pourra notamment se reporter aux brevets EP-0 189 354 et EP-0 519 797.

- L'invention s'intéresse plus particulièrement, sans caractère limitatif cependant, aux produits d'isolation dits « légers », c'est-à-dire présentant généralement une densité d'au plus 40 kg/m³. Elle s'applique aussi aux produits
- 25 de densité supérieure, notamment comprise entre 40 et 160 kg/m³. L'invention vise des produits d'isolation de ce type, dont au moins une partie de la surface extérieure est nue, non revêtue d'un parement du type film métallique/film plastique/feuille papier ou parement multicouches.

- Ces produits, se présentant le plus souvent sous la forme de panneaux de
- 30 section rectangulaire et de dimensions variées, sont largement utilisés pour isoler les bâtiments, dans le neuf ou dans l'ancien, ou pour isoler des canalisations. Ils sont amenés à être beaucoup manipulés lors de leur pose sur chantier. L'opérateur doit fréquemment exercer des pressions à leur surface, par exemple pour les loger en force entre les chevrons d'une toiture. Cela est

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

2

également le cas pour l'isolation des canalisations ou des charpentes d'encadrement de murs ou de plafonds, ou pour l'isolation de constructions métalliques, notamment pour les bâtiments à vocation industrielle (ce dernier type d'architecture isolée étant usuellement désigné aux USA sous le terme de Metal Building Insulation ou « MBI »). Des contacts répétés avec la surface de ces produits de laine minérale, quand elle est dépourvue de parement, peuvent finir par être un peu désagréables pour l'opérateur.

L'invention a alors pour but de parer à cet inconvénient en cherchant à améliorer le confort de pose de ces produits, à le rendre plus agréable au toucher.

Subsidiairement, l'invention cherche à atteindre ce but sans que les autres propriétés de ces produits soient substantiellement affectées, notamment leurs propriétés d'isolation thermique et leurs propriétés mécaniques.

Subsidiairement, l'invention cherche à atteindre ce but en prenant en compte les exigences d'une production industrielle, notamment par des moyens simples de mise en œuvre, souples d'utilisation.

L'invention a tout d'abord pour objet un produit d'isolation thermique et/ou phonique à base de laine minérale du type laine de verre, dont au moins une partie de sa surface extérieure est non revêtue, et qui est traité superficiellement sur au moins une portion de cette surface par une composition aux propriétés adoucissantes comprenant au moins un agent surfactant.

L'invention a ainsi trouvé un moyen simple, économique et efficace pour améliorer le toucher des produits en laine minérale. De façon surprenante, il a été montré que la présence d'un surfactant à la surface du produit, même en petite quantité et sur une très faible épaisseur, avait un impact considérable sur la perception de son toucher, beaucoup plus doux, comme si la surface du produit se trouve lissée. Les surfactants ont été déjà utilisés dans de nombreux domaines, notamment pour donner un apprêt aux tissus dans l'industrie textile. Cependant, rien ne laissait prévoir qu'ils auraient un tel effet sur un produit où les fibres élémentaires ne sont pas organisées en tissus, sur un produit « épais ». les raisons pour lesquelles on obtient cet effet ne sont pas tout-à-fait élucidées : on présume qu'il y a peut être un phénomène d'adsorption du surfactant à la surface des fibres, que le frottement des fibres entre elles serait diminué par cette sorte de gainage et le contact avec les fibres par là même perçu comme

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

3

adouci.

Le fait de ne traiter que superficiellement les produits selon l'invention présente trois avantages considérables :

- 5 ► d'une part, il a été montré que la présence de surfactant dans toute l'épaisseur du matériau n'était pas nécessaire pour obtenir l'effet recherché,
 - d'autre part, il est plus simple et moins coûteux de ne traiter qu'une partie du produit, par exemple en bout de ligne sur chacune de ses faces, plutôt que d'avoir à le traiter à cœur,
- enfin, il est ainsi possible d'appliquer à la surface du produit une composition adoucissante dont le principe actif, le surfactant, serait incompatible avec la composition d'encollage non réticulée.

10 Avantageusement, on ne traite le produit par la composition aux propriétés adoucissantes que sur une petite épaisseur, notamment d'au plus 10 mm, et de préférence d'au plus 5 mm, par exemple sur 1 à 3 mm, pour les raisons exposées plus haut.

15 La teneur en composition adoucissante de la surface du produit ainsi traitée est de préférence d'au moins 0.1 grammes par m² de surface traitée, notamment d'au plus 5 g/m², par exemple comprise entre 0.2 g/m² et 1 g/m². Il suffit donc d'une teneur très modérée pour obtenir l'effet voulu, teneur qui ne modifie donc pas sensiblement par ailleurs l'aspect et la nature chimique des produits en question.

20 Avantageusement, la composition aux propriétés adoucissantes est utilisée sous la forme d'un liquide, d'une pâte ou d'un gel, de préférence miscible en phase aqueuse, ou sous forme solide (poudre, flocons) et de préférence soluble/dispersable en phase aqueuse. Comme cela sera détaillé par la suite, la composition peut ainsi être aisément diluée, solubilisée ou dispersée dans de l'eau pour être projetée à la surface des produits à traiter.

25 Selon un mode de réalisation préféré, la composition adoucissante comprend au moins un surfactant de la famille des surfactants cationiques, qui se sont avérés les plus efficaces. Au sens de l'invention, on entend par surfactant cationique un surfactant porteur d'une charge positive nette (un "vrai" sel cationique, comme par exemple un sel d'amidoamine ou d'imidazolium), mais également un surfactant porteur d'une charge délocalisée (comme par exemple un oxyde d'amine). Dans cette famille, on préfère notamment les produits avec

30

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

4

ou une ou plusieurs chaînes d'acides gras ou dérivés d'acide gras et comportant un ou plusieurs groupements azotés susceptibles de porter une charge positive, nette ou délocalisée. Ces groupements peuvent être des amines primaires, secondaires, tertiaires, des ammoniums quaternaires ou des oxydes d'amine. Ils paraissent particulièrement intéressants car ils interagissent avec la surface du verre qui, elle, est plutôt ionisée de façon négative. Ce sont les groupements azotés qui fixent la molécule aux fibres. Cette fonctionnalité chimique conférerait à la molécule la capacité à se fixer de façon durable à la fibre, tandis que les chaînes grasses (hydrocarbures) lui donnerait la douceur recherchée.

Les surfactants les plus intéressants sont par exemple des sels d'ammonium quaternaire ou d'imidazolium à chaînes grasses (avec par exemple un contre-ion du type acétate) ou des oxydes d'amine à chaînes grasses (par exemple le stéaryl diméthyl oxyde d'amine), avec une liaison dative entre l'oxygène et l'azote.

Les chaînes grasses (hydrocarbures) sont dérivées d'acides gras, qui sont du type $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$ quand ils sont saturés. Il existe aussi des acides gras insaturés. Des exemples d'acides gras dont les dérivés peuvent être utilisés dans la composition des surfactants selon l'invention sont :

- 20 ➤ l'acide stéarique $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$
- l'acide laurique $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$
- l'acide palmitique $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$
- l'acide myristique $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$

On peut aussi mentionner les acides gras insaturés comme l'acide oléique ou linoléique. On limite souvent les acides gras à des chaînes linéaires. L'invention comprend cependant aussi sous ce terme des chaînes carbonées qui sont ramifiées.

On peut aussi utiliser, alternativement ou cumulativement, un ou plusieurs surfactants/agents adoucissants non-ioniques. Il peut notamment s'agir de la famille des esters gras, comme celui commercialisé par la société Cognis Corporation sous la référence Bellsoft 7777, précédemment commercialisé sous la référence Emersoft 7777 par la société Henkel Corporation. Il peut aussi s'agir de dérivés de glycérol comme l'acide monostéarique de glycérol, comme celui commercialisé sous les références KTAX 668 par Cognis Corporation,

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

5

précédemment commercialisé sous la référence Sonostat 668 par la société Henkel Corporation. Il peut aussi s'agir d'une émulsion paraffinique, comme celle commercialisée sous la référence Sandolube NVS-A par la société Clariant Corporation précédemment connue sous le nom de Sandoz Chemical Corporation. Il peut aussi s'agir d'un mélange de l'un au moins de ces agents avec une émulsion d'huile minérale, comme celle commercialisée sous la dénomination MULREX.

L'invention est particulièrement appropriée pour les produits dits « légers », d'une densité d'au plus 40 kg/m^3 , mais peut aussi s'appliquer aux produits lourds, par exemple jusqu'à 160 kg/m^3 . Les produits d'isolation visés par l'invention sont, notamment, ceux répertoriés dans la norme française NFB 20-001 d'août 1998. Il s'agit notamment de « feutres » à savoir de la laine minérale encollée souple, fournie sous forme de « rouleaux » ou de « bandes » dont l'épaisseur est généralement comprise entre 20 et 200 mm. Il s'agit aussi des « nappes cousues » qui sont à base de la laine minérale faiblement encollée revêtue sur une seule face d'un parement, ou de « panneaux » qui sont à base de laine minérale encollée rigide ou semi-rigide. Ces produits sont tous généralement d'une forme approximativement parallélépipédique.

L'invention peut aussi s'appliquer à des produits de formes géométriques différentes, comme les « segments » qui sont des éléments plans de section trapézoïdale. Il peut aussi s'agir de produits utilisés pour isoler des conduits, connus sous le nom de « coquilles » (cylindre annulaire en un ou deux éléments) ou de « douelles » (éléments de cylindre dont la section est un secteur annulaire). De façon générale, au sens de l'invention et dans la suite du présent texte, et par souci de concision, si le terme « feutre » est utilisé, il englobe aussi par extrapolation les produits voisins évoqués ci-dessus.

Pour ceux qui ont une forme approximativement parallélépipédique, on peut donc être dans le cas de figure où les deux faces principales du feutre sont non revêtues, avec au moins l'une d'elles traitée selon l'invention, de préférence les deux. On peut aussi être dans le cas de figure où l'une des faces principales est revêtue d'un parement, l'autre face étant traitée selon l'invention.

De façon connue, les produits d'isolation intéressant l'invention sont de préférence munis dans leur épaisseur d'une composition d'encollage dont la

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

6

fonction est notamment d'assurer la cohésion du produit en créant des liaisons inter-fibres. Les compositions d'encollage contiennent généralement des résines à base de phénol, de formaldéhyde et d'urée. Les inventeurs se sont aperçus que cet encollage, bien qu'extrêmement utile, contribuait à donner en surface
5 un toucher un peu rigide, cassant.

Un premier moyen optionnel complémentaire selon l'invention, pour améliorer encore le toucher du produit d'isolation, a alors consisté à munir la laine minérale d'une composition d'encollage dans toute son épaisseur, mais avec une teneur moindre dans la zone superficielle du produit correspondant à
10 au moins une partie de sa surface extérieure non revêtue. Très avantageusement, cette zone superficielle appauvrie en composition d'encollage peut coïncider avec la zone superficielle traitée selon l'invention par la composition aux propriétés adoucissantes : on baisse suffisamment modérément la teneur en encollage du produit pour qu'il n'y ait pas d'impact négatif sur sa
15 cohésion, et on obtient un toucher encore plus agréable. En effet, il se peut qu'il y ait une sorte de synergie entre le moyen principal de l'invention, à savoir l'utilisation de la composition adoucissante, et le moyen optionnel subsidiaire, à savoir une teneur en encollage plus faible en surface : les fibres de surface moins encollées seraient plus facilement gainées par la composition
20 adoucissante, qui pourrait ainsi mieux remplir son rôle d'assouplissement des liaisons inter-fibres.

Un second moyen optionnel complémentaire pour améliorer le toucher des produits (qui peut être cumulé avec le premier) consiste à modifier la dimension des fibres elles-mêmes dans au moins une zone superficielle non
25 revêtue du produit, notamment celle traitée par la composition adoucissante. Il a été ainsi montré qu'en ayant des fibres plus allongées, le toucher était encore amélioré. Une hypothèse pour expliquer cela est que des fibres allongées offrent globalement moins d'extrémités qui sont les points « d'accrochage » que l'on peut sentir en passant la main sur le produit. Le fait de ne modifier les
30 dimensions des fibres qu'en surface permet de conserver les propriétés mécaniques des produits d'isolation standard.

Un troisième moyen optionnel complémentaire pour améliorer le toucher des produits (qui peut être cumulé avec les deux premiers) consiste à modifier le diamètre des fibres elles-mêmes dans au moins une zone superficielle non

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

7

revêtue du produit, notamment celle traitée par la composition adoucissante. Il a été ainsi montré qu'en ayant des fibres amincies le toucher était encore amélioré. Une hypothèse pour expliquer cela est que des fibres amincies (ayant un micronaire moins élevé) sont plus souples et donc plus agréable au toucher.

5 Un amincissement des fibres en surface peut même avoir un impact favorable sur la capacité d'isolation thermique du produit dans son ensemble.

Les premier, second et troisième moyens optionnels évoqués ci-dessus peuvent affecter le produit sur une épaisseur superficielle de quelques millimètres à trois ou quatre centimètres.

10 L'invention concerne également le produit utilisant ce premier et/ou ce second et/ou ce troisième moyen optionnel, indépendamment de tout traitement par une composition aux propriétés adoucissantes. Elle concerne également le procédé pour obtenir ces caractéristiques, procédé qui sera développé par la suite, et indépendamment du procédé de traitement du produit
15 par la composition aux propriétés adoucissantes.

L'invention a également pour objet le procédé de fabrication du produit décrit plus haut, par centrifugation interne, où l'on traite le produit d'isolation par la composition adoucissante sur la ligne de production même de la laine minérale. Un traitement sur ligne, en continu, est clairement intéressant
20 industriellement (cependant, alternativement, l'invention n'exclut pas un traitement en reprise sur le produit fini, pouvant nécessiter une étape post-traitement de séchage à l'air libre ou par des moyens de chauffage quand on choisit de traiter le produit par une composition en phase liquide ou non).

Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, on traite le produit
25 par la composition adoucissante en aval des organes de réception des fibres issues des organes de fibrage, et notamment juste avant qu'elles ne soient traitées par des organes de conditionnement thermique éventuels du type étuve.

Comme cela est détaillé dans les brevets cités en préambule de la présente demande, les lignes de production de laine de verre par centrifugation
30 interne comportent généralement une pluralité de centrifugeurs, en série. Les fibres qui s'en échappent sous l'effet de la force centrifuge sont collectées sur des organes de réception du type tapis aspirant, les fibres provenant de chaque centrifugeur s'accumulant en nappes successives sur le tapis qui les emmène ensuite à travers une étuve et/ou des rouleaux de conformation. Le traitement

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

8

thermique subi lors du passage dans l'étuve permet de sécher, réticuler et durcir la composition d'encollage pulvérisée sur les fibres en dessous des centrifugeurs avant qu'elles ne soient collectées.

5 Traiter le produit par la composition adoucissante juste avant l'étuve s'il y en a, ou tout au moins une fois que toutes les fibres ont été collectées sous forme d'une bande, est avantageux : on peut ainsi effectuer le traitement
10 uniquement sur la surface du produit, et le traitement thermique peut permettre de sécher la phase liquide dans laquelle la composition adoucissante a pu être dissoute/dispersée (si elle se présente sous forme solide ou pâteuse), ou diluée/dispersée (si elle se présente sous forme liquide ou sous forme d'un gel),
15 pour permettre son application, par exemple par pulvérisation. La phase liquide est de préférence une phase essentiellement aqueuse. Plutôt qu'un traitement par pulvérisation, on peut aussi choisir un mode d'application du type enduction ou trempé (superficiellement par passage du produit au contact d'un rouleau
15 enducteur ou par immersion partielle dans un bain).

La concentration de la composition adoucissante dans sa phase liquide est de préférence choisie entre 0,5 et 10% en poids, notamment entre 2,5 et 5% en poids par rapport à ladite phase liquide.

20 Pour appliquer cette composition en phase liquide, le plus simple est de la pulvériser quand le produit d'isolation est encore sous la forme d'un feutre en bande continue circulant sur un moyen de convoyage du type tapis convoyeur (notamment juste avant qu'il n'entre dans l'étuve, comme mentionné plus haut). On peut alors utiliser une rampe de pulvérisation disposée au-dessus et/ou en
25 dessous du plan de convoyage. Elle est avantageusement disposée sensiblement perpendiculairement à l'axe de déplacement du feutre. Si le plan de convoyage est sensiblement horizontal dans la zone de traitement, voire un peu incliné, la rampe de pulvérisation disposée au-dessus du plan de convoyage va traiter la face supérieure du feutre. Pour traiter la face inférieure, on peut prévoir si
30 nécessaire une interruption dans le tapis convoyeur, une zone où le feutre est localement non soutenu, pour que la rampe disposée sous le plan de convoyage puisse projeter la composition sur sa face inférieure. Cela est inutile si on utilise d'autres types de moyens de convoyage, notamment utilisant des chaînes.

Il est également possible de traiter le produit d'isolation selon l'invention soit plus en amont, soit plus en aval de la ligne de production :

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

9

➤ plus en aval, on peut pulvériser la composition adoucissante après les éventuels organes de conditionnement thermique du type étuve, quand le feutre est encore sous forme de bande continue ou quand il a déjà été découpé. Le produit peut être traité une fois passé entre les organes de conformation lui conférant son épaisseur définitive. Dans ce cas, il peut être nécessaire de sécher les produits pour évaporer la phase liquide, soit en les laissant à l'air libre avant stockage/emballage un certain temps, soit en les séchant par un moyen de chauffage adhoc,

➤ plus en amont, on peut en fait projeter la composition adoucissante en phase liquide non pas sur un feutre déjà constitué, mais sur les fibres juste en dessous des organes de fibrage, avant qu'elles ne soient recueillies sur l'organe de réception. Mais dans ce cas, pour que le produit reste traité que superficiellement, cette projection ne se fait que sur les fibres issues du premier et/ou du dernier organe de fibrage de la ligne (« premier » et « dernier » sont à comprendre comme ceux des centrifugeurs qui vont produire la première nappe de fibres à être recueillies et la dernière nappe de fibres à être recueillies sur le moyen de réception du type tapis convoyeur aspirant. Ces nappes correspondent en effet à ce qui va constituer les couches superficielles des faces supérieures et inférieures du feutre une fois constitué).

La projection de la composition adoucissante peut se faire par une couronne de pulvérisation du même type que celle utilisée pour pulvériser la composition d'encollage. Les projections des deux compositions peuvent être successives (encollage puis composition adoucissante ou inversement) ou simultanées : on peut utiliser un moyen de pulvérisation unique, en ajoutant dans la composition d'encollage la composition adoucissante. On peut aussi injecter dans la couronne de pulvérisation de la composition d'encollage la composition adoucissante, sans mélange préalable. Alternativement, on peut utiliser pour projeter la composition adoucissante une autre couronne de pulvérisation.

On a vu plus haut qu'un premier moyen optionnel de l'invention consistait à utiliser moins d'encollage dans les zones superficielles du produit final. Pour réaliser cela, on peut en fait projeter une quantité moindre de composition d'encollage sur les fibres issues du premier et/ou du dernier organe de fibrage par rapport à tous les autres organes de fibrage. La diminution peut être par

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

10

exemple de l'ordre d'au moins 10 à 20%.

On a également vu plus haut qu'un second et troisième moyen optionnel de l'invention consistait à faire en sorte que les fibres du produit d'isolation final aient en surface une dimension différente, soient amincies et/ou allongées.

5 Une façon de réaliser cela consiste à changer les paramètres de fonctionnement du « premier » et/ou du « dernier » organe de fibrage de la ligne, de manière à n'affecter que les couches superficielles du produit final, comme dans le cas précédent. Si on reprend la constitution conventionnelle de ce type d'organe de fibrage, il comprend :

- 10
- un centrifugeur apte à tourner autour d'un axe, notamment vertical, et dont la bande périphérique est percée d'une pluralité d'orifices,
 - un moyen d'étirage gazeux à haute température sous forme d'un brûleur annulaire,
 - un moyen pneumatique pour canaliser les fibres sous forme d'une couronne
- 15 de soufflage.

On peut modifier, notamment, un paramètre de fibrage du premier et/ou du dernier organe de fibrage, à savoir :

- la pression des gaz émis par la couronne de soufflage.

20 On peut ainsi diminuer la pression des gaz émis par la couronne de soufflage par rapport aux autres couronnes de soufflage de la ligne, une diminution notamment d'au moins 20 % et de préférence comprise entre 30 % et 50 % par rapport à celles des autres couronnes. Une pression plus faible va en effet tendre à moins casser les fibres, à préserver leur longueur.

Pour amincir les fibres (diminuer leur micronaire), on peut 25 avantageusement modifier, alternativement ou cumulativement, deux autres paramètres de fibrage du premier et/ou du dernier organe de fibrage :

- la pression du brûleur annulaire
- le perçage du centrifugeur

30 On peut ainsi augmenter la pression du brûleur annulaire, de par exemple 10 à 25% par rapport à celle des autres brûleurs, ce qui augmente la vitesse des gaz d'étirage et augmente ainsi la finesse des fibres. On peut aussi augmenter le nombre de trous de l'assiette du centrifugeur, de par exemple 15 à 25% par rapport au nombre de trous des autres assiettes : à pression de brûleur maintenue identique aux autres, on observe la même tendance à

l'amincissement des fibres.

C'est un concept très intéressant de ne pas avoir tous les organes de fibrage de la ligne fonctionnant selon les mêmes paramètres de fibrage.

L'avantage est clair : on peut ainsi conférer au produit des propriétés de surface originales, lui donner un aspect différent, modifier sa chimie et/ou la dimension de ses fibres superficiellement. Par contre, on peut conserver les paramètres de fibrage conventionnels pour constituer le produit à cœur, et donc s'éloigner de peu de ses caractéristiques globales bien connues. On garde un fonctionnement de la ligne de production par ailleurs tout à fait conventionnel, la mise en œuvre industrielle de l'invention n'a donc nécessité aucun bouleversement.

L'invention a également pour objet le dispositif pour fabriquer le produit décrit plus haut ou pour mettre en œuvre le procédé décrit plus haut dans leurs différentes variantes.

En vue de traiter le produit isolant par la composition adoucissante, le dispositif peut comporter, comme déjà mentionné, une ou plusieurs rampes de pulvérisation. De préférence, la ou les rampe(s) comporte(nt) un conduit d'amenée muni de buses de pulvérisation régulièrement réparties sur sa longueur. Ces buses sont aptes à générer des jets de liquide de préférence « plats » (non coniques) et divergents. Les jets peuvent aussi être choisis de forme conique. On peut régler la configuration relative de la rampe et du produit à traiter de façon à ce que les jets se rejoignent au-dessus ou sur le produit, de façon à ce que la composition adoucissante imprègne bien toute la surface du produit, régulièrement.

L'invention sera décrite plus en détails ci-après à l'aide des figures suivantes :

- figure 1 : une vue schématique d'une ligne de production de laine de verre par centrifugation interne,
- figure 2 : une vue schématique d'un centrifugeur de ladite ligne
- figure 3 : une vue schématique de la zone de la ligne de production où le produit est traité par la composition adoucissante.

Les figures sont volontairement très schématiques et ne sont pas représentées à l'échelle, pour faciliter leur lecture.

Les exemples de réalisation, non limitatifs, qui suivent, concernent tous

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

12

la fabrication de feutres de laine de verre d'une densité d'environ 8 à 12 kg/m³ de dimensions 60 x 80 x 120 mm³, que l'on fabrique sur une ligne de production du type de celle représentée très schématiquement en figure 1. Ces feutres sont pour certains munis sur une de leurs faces d'un parement de type papier kraft
5 (par exemple), et sont traités conformément à l'invention sur leur autre face, pour en améliorer le toucher.

Si on se rapporte à la figure 1, on a donc une ligne 1 comprenant six centrifugeurs 2a, 2b, 2c, 2d, 2e, 2f en série, d'où sont éjectées sous forme d'un
10 tore des fibres 3 (les lignes de production ont généralement entre trois et huit centrifugeurs). Les fibres sont encollées à l'aide de couronnes de pulvérisation 8, puis recueillies sur un tapis convoyeur aspirant 4, qui les transporte sous forme d'une bande continue 5 jusqu'à une étuve 6 qui est munie de rouleaux de conformation et qui vient durcir l'encollage de fibres et donner au feutre 7 les
15 dimensions, l'épaisseur voulues. En sortie d'étuve, la bande continue de feutre va ensuite être découpée en panneaux sensiblement parallélépipédiques, puis conditionnée en rouleaux, ou bandes repliées ou non et emballées. (la fin de la ligne n'est pas représentée).

Conformément à l'invention, et comme cela est représenté plus en détails à la figure 3, à cette ligne de production conventionnelle on ajoute une étape de
20 pulvérisation d'une composition adoucissante en phase aqueuse 30, sur la face supérieure 31 du feutre 32 encore sous forme de bande continue et non encore conformé, juste en amont de l'étuve de réticulation 33.

Cette opération se fait à l'aide d'une rampe de pulvérisation 34 alimentée en solution appropriée, comportant un conduit 35 sur lequel sont disposées
25 régulièrement des buses 36 (la rampe est représentée de façon agrandie en vue de face au bas de la figure pour plus de clarté). Ces buses génèrent des jets plats divergents qui s'interpénètrent peu avant d'arriver au contact de la surface supérieure 31 du feutre 32. La quantité de liquide ainsi pulvérisée, la pression sous laquelle il est pulvérisé, sont réglées de façon à ce que la solution
30 imprègne le produit sur quelques millimètres, notamment 1 ou 2 mm. Cette rampe est disposée au-dessus du feutre convoyé selon un plan sensiblement horizontal, à une distance d'environ 50 à 80 cm de la face 31 du feutre et transversalement à son axe de déplacement, à l'aide d'un portique non représenté.

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

13

A la figure 3, des flèches i indiquent toutes les zones de la tige où l'on peut alternativement ou cumulativement appliquer la composition adoucissante. Les flèches X et Y montrent les faces du produit isolant qui peuvent être traitées selon l'invention.

5 La solution adoucissante A qui est pulvérisée a la composition suivante :

► phase aqueuse

► surfactant cationique à 0,025%, 0,05% et 0,1% en poids par rapport à la phase aqueuse en poids, constitué par un surfactant comprenant 90% d'un sel acétate d'acide gras, et 10% d'acide acétique. Ce produit se présente sous forme de

10 flocons dispersables dans l'eau.

L'acétate répond à la formule chimique suivante :

octadécanamide, N-[2[[[2-[[[2-[[[2-aminoéthyl]amino]éthyl]amino]éthyl]amino]éthyl]-], monoacétate (9CI), de formule moléculaire $C_{26}H_{57}N_5O_2$.

15 **EXEMPLE 1**

Les paramètres de fibrage sont conventionnels. Tous les centrifugeurs fonctionnent selon les mêmes paramètres, on pulvérise sous chaque centrifugeur de façon connue par une couronne de pulvérisation une composition d'encollage à base de résine phénol-formaldéhyde standard.

20 Des essais de pulvérisations de la solution adoucissante A ont été faits de façon à ce que la teneur en surfactant à la surface du produit soit de 0.2 g/m² de surface traitée.

Des comparaisons ont ensuite été faites sur les panneaux finaux obtenus, par rapport à des panneaux en tous points identiques mais n'ayant pas été

25 traités par la solution A.

L'évaluation du toucher d'un produit n'est pas totalement objective, dans la mesure où il faut faire intervenir le jugé d'une personne. Le test choisi a consisté à demander à dix personnes différentes de comparer deux à deux cinq produits. Ces personnes ayant à donner une note de 0 ou de 1 après avoir touché

30 la face non revêtue des panneaux, la note 0 correspondant à un produit considéré moins agréable que celui noté 1. Ensuite, après compilation et calcul statistique, on peut ranger ces cinq produits par ordre croissant ou décroissant de douceur au toucher. Il s'est avéré que les produits selon l'invention ont tous été identifiés comme significativement plus agréables au toucher que les

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

14

produits témoins non traités (alors que le test d'évaluation a été fait en « aveugle », en mélangeant les produits traités et les non traités).

Par ailleurs, il a été vérifié que cette imprégnation en surface n'affectait pas les propriétés mécaniques des produits selon l'invention. La reprise d'épaisseur après compression, la résistance à la rupture sont quasiment inchangées par rapport aux produits témoins.

EXEMPLE 2

Non seulement les produits ont été traités comme à l'exemple 1, mais en outre un paramètre de fibrage a été changé pour le dernier organe de fibrage seulement de la ligne de production, à savoir le centrifugeur 2f de la figure 1.

Si on se rapporte à la figure 2 qui détaille le centrifugeur 2f,

► le paramètre modifié est la pression de la couronne de soufflage 20, qui est diminuée jusqu'à une valeur d'environ 0.7 bar, alors que les couronnes de soufflage des autres centrifugeurs sont maintenues à une pression d'émission de gaz d'environ 1.2 bar.

On ne décrira pas en détail ici le fonctionnement d'un tel centrifugeur, déjà décrit dans les brevets précités. On rappelle qu'il est entouré d'un brûleur annulaire 21 émettant un jet de gaz chaud à haute vitesse. N'est pas non plus représentée, la couronne d'encollage disposée nettement en dessous du centrifugeur. Optionnellement, on utilise un dispositif de chauffage de la partie inférieure du centrifugeur lui-même, sous la forme d'un anneau d'induction magnétique 22. Il est préférable de bien maîtriser la diminution de la pression des gaz émis par la couronne de soufflage, car une diminution trop importante risquerait d'élargir le tore des fibres issues du centrifugeur d'une façon telle que les fibres pourraient entrer en contact avec l'inducteur 22, ce qui est bien sûr à éviter.

Les panneaux obtenus selon cet exemple de réalisation selon l'invention ont été jugés d'un toucher encore plus agréable que les panneaux selon l'exemple de réalisation 1, ce qui est vraisemblablement dû au fait que les fibres produites par le centrifugeur 2f, celles qui vont dans le feutre constituer sa couche superficielle supérieure, sont allongées par rapport aux fibres dans le reste du feutre.

Comme dans le cas de l'exemple de réalisation 1, cette modification superficielle supplémentaire n'a pas entraîné de perte significative dans les

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

15

propriétés mécaniques du produit final. Elle n'a affecté que la couche de laine minérale produite par un centrifugeur, soit environ 1/6^{ème} de l'épaisseur finale du produit (des variantes peuvent consister à traiter le produit sur une plus faible ou une plus grande épaisseur par rapport à l'épaisseur totale du produit, par exemple entre 1/3 et 1/10 de l'épaisseur totale).

5 EXEMPLE 3

Cet exemple de réalisation ajoute à l'exemple de réalisation 1 le fait que l'on modifie la teneur en encollage pulvérisée sur les fibres issues du centrifugeur 2f ; on pulvérise environ 20% en moins d'encollage (en poids) sur ces fibres.

10 Là encore, il a été observé que les feutres obtenus sont un peu plus doux que ceux obtenus selon l'exemple 1, sans conséquence négative sensible par ailleurs sur les propriétés mécaniques du produit ou sur sa cohérence. La face supérieure des produits a donc cette fois été doublement modifiée sur le plan chimique, par adjonction d'un surfactant et par un taux d'encollage plus faible.

15 Les exemples ci-dessus se rapportent à un type de ligne de production de laine de verre, mais n'est pas limitée à celui-ci. Elle peut aussi s'appliquer identiquement aux feutres de laine de verre fabriqués sur une ligne où les centrifugeurs sont groupés en modules, avec pour chaque module un système de réception des fibres au sortir des centrifugeurs à l'aide de rouleaux. On trouvera une description détaillée de ce type de ligne dans le brevet EP-B- 0 406 107: à chaque "module" correspond la formation d'un "primitif", et tous les primitifs sont rassemblés avant d'être conduits sous la forme d'un feutre unique dans l'étuve. Elle s'applique aussi à de la laine de roche ou de basalte, ainsi qu'à tout

20 type de fibres munies d'un liant, ou à des fils de verre de renforcement. En conclusion, l'invention a permis de découvrir différents moyens que l'on peut combiner pour obtenir des feutres non revêtus plus doux au toucher. Beaucoup de variantes rentrent dans le cadre de cette invention. Ainsi, on peut ajouter à la composition adoucissante d'autres surfactants, des additifs ayant

25 une autre fonction (colorant à but esthétique, hydrofugeants, agents pontants...). On peut aussi rendre la surface traitée plus hydrophobe. On peut aussi envisager de traiter les feutres par plusieurs compositions à fonctions différentes, de façon successive par exemple.

L'invention peut être élargie à tout traitement superficiel de feutres

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

16

d'isolation par des produits chimiques visant à modifier leur aspect ou leurs propriétés de surface. Elle englobe aussi le traitement des feutres de laine de roche, fabriqués par d'autres techniques du type centrifugation externe utilisant des rouleaux de centrifugation.

17

REVENDICATIONS

1. Produit d'isolation thermique et/ou phonique à base de laine minérale du type laine de verre ou laine de roche ou de basalte, *caractérisé en ce que* le dit produit a au moins une partie de sa surface extérieure non revêtue et *en ce que* le dit produit est traité superficiellement sur au moins une portion de ladite surface extérieure par une composition aux propriétés adoucissantes comprenant au moins un agent surfactant.
2. Produit d'isolation selon la revendication 1, *caractérisé en ce qu'il* est traité superficiellement par la composition aux propriétés adoucissantes sur une épaisseur d'au plus 10 mm, notamment d'au plus 5 mm.
3. Produit d'isolation selon l'une des revendications précédentes, *caractérisé en ce que* la teneur en composition aux propriétés adoucissantes de la surface traitée est d'au moins 0.1 g/m², et notamment d'au plus 5 g/m².
4. Produit d'isolation selon l'une des revendications précédentes, *caractérisé en ce que* la composition aux propriétés adoucissantes utilisée pour traiter le dit produit est sous forme liquide, sous forme d'une pâte ou d'un gel, de préférence miscible ou dispersable en phase aqueuse, ou solide, de préférence soluble en phase aqueuse.
5. Produit d'isolation selon l'une des revendications précédentes, *caractérisé en ce que* la composition à propriétés adoucissantes comprend au moins un surfactant cationique porteur d'au moins une charge positive nette ou délocalisée.
6. Produit d'isolation selon l'une des revendications précédentes, *caractérisé en ce que* la composition à propriétés adoucissantes comprend au moins un surfactant/agent adoucissant non-ionique, notamment appartenant à la famille des esters gras, des dérivés de glycérol comme l'acide monostéarique de glycérol, des émulsions paraffiniques, éventuellement associé(s) à une émulsion d'huile minérale.
7. Produit d'isolation selon la revendication 5, *caractérisé en ce que* le surfactant cationique comprend une ou plusieurs chaînes d'acides gras ou d'un dérivé d'acide gras, et au moins un groupement azoté susceptible de porter une charge positive nette ou délocalisée, de préférence choisi parmi les sels d'ammonium quaternaire, les sels d'imidazolium et les dérivés d'oxyde d'amine, les acétates d'amidamine.

8. Produit d'isolation selon l'une des revendications précédentes, *caractérisé en ce qu'il* est sous forme d'un feutre de forme approximativement parallélépipédique, avec les deux faces principales non revêtues dont au moins une est traitée par la composition aux propriétés adoucissantes, ou avec une face principale non revêtue traitée par la composition aux propriétés adoucissantes et l'autre face principale revêtue d'un parement.
9. Produit d'isolation selon l'une des revendications 1 à 7, *caractérisé en ce qu'il* est sous forme de coquille, de douelle ou de segment.
10. Produit d'isolation selon l'une des revendications précédentes, *caractérisé en ce que* sa densité est inférieure ou égale à 40 kg/m^3 ou supérieure à 40 kg/m^3 jusqu'à 160 kg/m^3 .
11. Produit d'isolation selon l'une des revendications précédentes, *caractérisé en ce que* la laine minérale est munie d'une composition d'encollage dans son épaisseur, avec de préférence une teneur inférieure en composition d'encollage dans la zone superficielle correspondant à au moins une partie de sa surface extérieure non revêtue, et correspondant notamment à la zone traitée par la composition aux propriétés adoucissantes.
12. Produit d'isolation selon l'une des revendications précédentes, *caractérisé en ce que* la laine minérale présente dans une zone superficielle correspondant à au moins une partie de sa surface extérieure non revêtue, et correspondant notamment à la zone traitée par la composition aux propriétés adoucissantes, des fibres de dimensions différentes, notamment ayant une longueur plus grande et/ou un diamètre ou micronaire moins élevé, que dans le reste de l'épaisseur dudit produit.
13. Procédé de fabrication du produit d'isolation selon l'une des revendications précédentes par centrifugation interne, *caractérisé en ce qu'on* traite ledit produit par la composition aux propriétés adoucissantes sur la ligne de production de la laine minérale.
14. Procédé selon la revendication 13, *caractérisé en ce qu'on* traite le produit d'isolation par la composition aux propriétés adoucissantes en aval des organes de réception des fibres issues des organes de fibrage, et de préférence en amont des organes de traitement/conditionnement thermique éventuels du type étuve.
15. Procédé selon la revendication 14, *caractérisé en ce qu'on* traite le

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

19

produit d'isolation par la composition aux propriétés adoucissantes en phase liquide, notamment essentiellement aqueuse, par pulvérisation, enduction ou trempé.

5 16. procédé selon la revendication 15, *caractérisé en ce que* la concentration de la composition aux propriétés adoucissantes dans la phase liquide est de 0,5 à 10% en poids, notamment entre 2,5 et 5% en poids par rapport à ladite phase liquide.

10 17. Procédé selon l'une des revendications 13 à 16, *caractérisé en ce qu'on* traite le produit d'isolation encore sous la forme d'un feutre continu circulant sur un moyen de convoyage du type tapis convoyeur, à l'aide d'au moins une rampe de pulvérisation disposée au-dessus et/ou en dessous du plan de convoyage et de préférence disposée sensiblement perpendiculairement à son axe de déplacement.

15 18. Procédé selon la revendication 13, *caractérisé en ce qu'on* traite le produit par la composition aux propriétés adoucissantes sur la ligne de production comprenant une pluralité d'organes de fibrage en série, en projetant sur les fibres issues seulement du premier et/ou du dernier organe de fibrage la composition aux propriétés adoucissantes en phase liquide, notamment en phase essentiellement aqueuse, avant réception desdites fibres sur l'organe de
20 réception correspondant audit organe de fibrage, de préférence avant, pendant ou après le dépôt éventuel de la composition d'encollage desdites fibres.

25 19. Procédé selon la revendication 18 *caractérisé en ce qu'on* projette la composition adoucissante à l'aide de la couronne de pulvérisation utilisée pour pulvériser sur les fibres la composition d'encollage, ou à l'aide d'une autre couronne de pulvérisation.

20 20. Procédé selon l'une des revendications 13 à 19, *caractérisé en ce qu'il* utilise une ligne de production comprenant plusieurs organes de fibrage en série, chaque organe de fibrage comprenant :

- 30 ► un centrifugeur apte à tourner autour d'un axe, notamment vertical, et dont la bande périphérique est percée d'une pluralité d'orifices,
- un moyen d'étirage gazeux à haute température sous forme d'un brûleur annulaire,
- un moyen pneumatique pour canaliser/ajuster la dimension des fibres sous forme d'une couronne de soufflage, *et en ce que*

WO 02/06177

PCT/FR01/2285

20

la pression des gaz émis par la couronne de soufflage du premier et/ou du dernier organe de fibrage est inférieure à celle des autres organes de fibrage, notamment d'au moins 20 %, et de préférence entre 30 et 50 % inférieure, notamment de façon à ce que le produit d'isolation présente superficiellement sur au moins une partie de sa surface extérieure non revêtue des fibres plus longues.

21. Procédé selon l'une des revendications 13 à 20, *caractérisé en ce qu'il* utilise une ligne de production comprenant plusieurs organes de fibrage en série, chaque organe de fibrage comprenant :

10 ► un centrifugeur apte à tourner autour d'un axe, notamment vertical, et dont la bande périphérique est percée d'une pluralité d'orifices,
► un moyen d'étirage gazeux à haute température sous forme d'un brûleur annulaire,

15 ► un moyen pneumatique pour canaliser la dimension des fibres sous forme d'une couronne de soufflage,

et en ce que

► la pression des gaz émis par le brûleur annulaire du premier et/ou du dernier organe de fibrage est supérieure à celle des brûleurs des autres organes, notamment d'environ 10 à 25 %,

20 ► et/ou le nombre de trous du centrifugeur du premier et/ou du dernier centrifugeur est supérieur à celui des autres centrifugeurs, notamment ayant 15 à 25% de trous en plus, notamment de façon à ce que le produit d'isolation présente superficiellement sur au moins une partie de sa surface extérieure non revêtue des fibres de diamètre ou de micronaire moins élevé.

22. Procédé selon l'une des revendications 13 à 21, *caractérisé en ce qu'il* utilise une ligne de production comprenant une pluralité d'organes de fibrage en série, où l'on projette sur les fibres issues desdits organes de fibrage une composition d'encollage avant qu'elles n'atteignent l'organe de réception approprié, et en ce qu'on projette une quantité moindre de composition d'encollage sur les fibres issues du premier et/ou du dernier organe de fibrage, notamment au moins 10 ou 20% de composition d'encollage en moins, notamment de façon à ce que le produit d'isolation présente superficiellement sur au moins une partie de sa surface extérieure non revêtue une teneur en encollage plus réduite que dans son épaisseur.

30

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

21

23. Dispositif pour fabriquer le produit d'isolation selon l'une des revendications 1 à 12 ou pour mettre en œuvre le procédé selon l'une des revendications 13 à 22, comportant une ligne de production de laine minérale par centrifugation interne, ladite ligne comprenant successivement une pluralité
5 d'organes de fibrage en série, un ou des organes de réception/convoyage des fibres issues de ces organes de fibrage et un ou des organes de traitement/conditionnement thermique du type étuve, *caractérisé en ce qu'il* comporte en outre au moins une rampe de pulvérisation destinée à projeter une composition aux propriétés adoucissantes sur la face supérieure et/ou inférieure
10 du feutre de laine minérale issu des organes de réception des fibres en phase liquide, notamment quand il est encore sous forme d'une bande continue, en aval des organes de réception et de préférence en amont du/des organes de traitement/conditionnement thermique de la ligne.

24. Dispositif selon la revendication 23, *caractérisé en ce qu'il* comporte
15 au moins une rampe de pulvérisation sur la face supérieure du feutre sous forme d'une bande continue circulant selon un plan de convoyage, ladite rampe étant disposée au-dessus de la face supérieure du feutre et transversalement à son axe de déplacement.

25. Dispositif selon la revendication 24, *caractérisé en ce qu'il* comporte
20 aussi une rampe de pulvérisation de la composition aux propriétés adoucissantes disposée sous le plan de convoyage du feutre.

26. Dispositif selon l'une des revendications 23 à 25, *caractérisé en ce que* la (ou les) rampe(s) comprend un conduit d'amenée muni de buses de pulvérisation réparties régulièrement sur sa longueur et aptes à générer des jets
25 de liquide divergents, et de préférence plats ou coniques.

27. Utilisation du produit selon l'une des revendications 1 à 12 ou du procédé d'obtention dudit produit selon l'une des revendications 13 à 22 pour obtenir une isolation thermique/phonique avec un confort de pose amélioré.

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

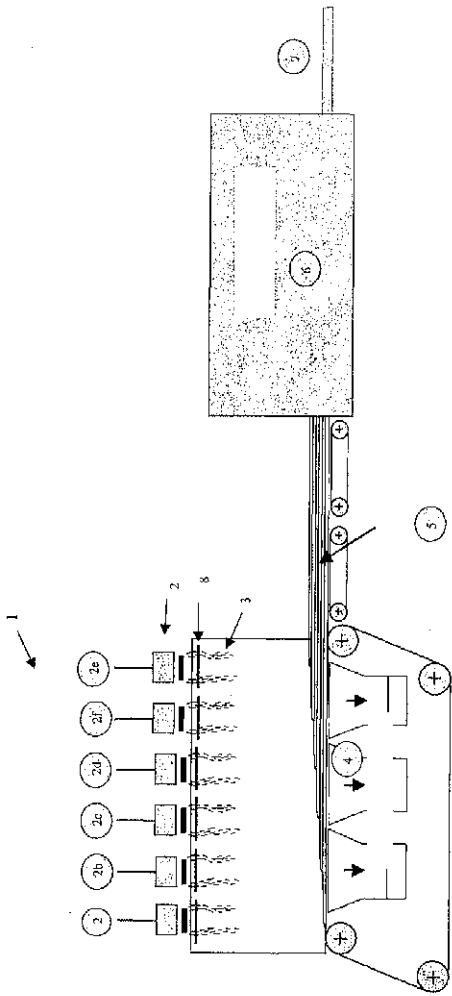


Figure 1

WO 02/06177

PCT/FR01/02285

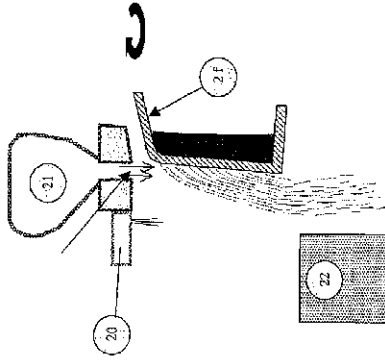
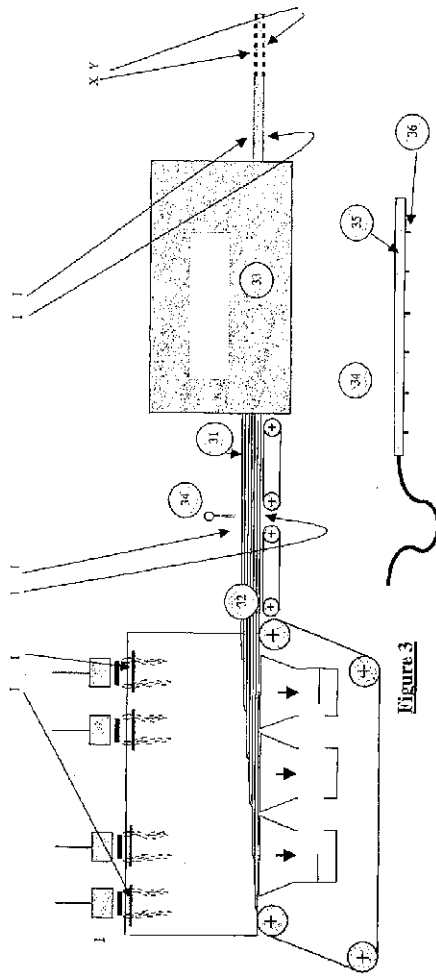


Figure 2

WO 02/06177

PCT/FR01/02285



【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		Inventor's Application No. PC1/FR 01/02285
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C03C25/24		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 C03C		
Documentation searched other than minimum documentation (to the extent that such documents are listed in the fields searched)		
Electronic data bases consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 536 447 A (HSU ED C) 28 August 1985 (1985-08-20) abstract column 3, line 32 - column 3, line 47 column 3, line 50 - column 4, line 8 column 4, line 55 - column 5, line 16 column 5, line 17 - column 6, line 45 column 9, line 3 - line 45 column 11, line 59 - column 12, line 7	1-10, 13-18, 23-27
A	US 4 039 716 A (JOHNSON CARL A) 2 August 1977 (1977-08-02) abstract example 1 column 8, line 8 - line 16	11,18-21
A	US 4 039 716 A (JOHNSON CARL A) 2 August 1977 (1977-08-02) abstract example 1 column 8, line 8 - line 16	1-26
-/-		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claims or which is cited to establish the publication date of another claim or other special reason (as specified) "O" document relating to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the applicant but cited to understand the principles or theory underlying the invention "X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step unless the document is taken into account "Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step unless the document is considered with one or more other cited documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "Z" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
1 November 2001		09/11/2001
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.O. 6010 Patentplan 2 NL 2280 HW Rijswijk t +31-70 340-2000, fx: 31 651 0001, fx: (-31-70) 340-3916		Authorized officer Grenette, S

FORM PCT/ISA/210 (second sheet) July 1999

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/FR 01/02285

G. (Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indications, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 00 21900 A (LANTON ERNEST L ; NOVICH BRUCE E (US); LAMNOM HILINSKI KAMI (US); P) 20 April 2000 (2000-04-20) abstract page 35, line 3 - line 22 page 38, line 25 - line 29 page 41, line 1 - line 3 page 17, line 15 - line 29	1-10, 13-18, 23-26
E	& WO 01 09054 A (LANTON ERNEST) 8 February 2001 (2001-02-08) abstract page 4, line 28 - line 29; figure 1 page 74, line 1 - line 10	1-10, 13-18, 23-26

Form PCT/ISA:210 (Continuation of record sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International Application No.
PCT/FR 01/02285

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4536447	A	20-08-1985	US 4626289 A 02-12-1986
US 4039716	A	02-08-1977	AU 8372275 A 10-02-1977 BE 833356 A1 31-12-1975 BR 7505408 A 03-08-1976 CA 1075843 A1 15-04-1980 DE 2534760 A1 08-04-1976 DK 421275 A 21-03-1976 FI 752475 A ,B, 21-03-1976 FR 2285352 A1 16-04-1976 GB 1503926 A 15-03-1978 IT 1042713 B 30-01-1980 JP 5104991 A 30-04-1976 NL 7511056 A 23-03-1976
WO 0021900	A	20-04-2000	AU 2788999 A 20-09-1999 AU 6391499 A 01-05-2000 BR 9908520 A 24-10-2000 CN 1291963 T 18-04-2001 EP 1060144 A1 20-12-2000 EP 1124770 A1 22-08-2001 HU 0101382 A2 28-08-2001 NO 20004272 A 01-11-2000 PL 342654 A1 02-07-2001 TR 200002520 T2 22-01-2001 WO 9944959 A1 10-09-1999 WO 0021900 A1 20-04-2000 AU 6497599 A 01-05-2000 EP 1124769 A1 22-08-2001 WO 0021899 A1 20-04-2000 AU 6239300 A 19-02-2001 AU 6383100 A 13-03-2001 AU 6385100 A 13-03-2001 AU 6386200 A 19-02-2001 WO 0112701 A1 22-02-2001 WO 0109054 A1 08-02-2001 WO 0112702 A1 22-02-2001 WO 0109226 A1 08-02-2001

From PCT/SA 210 (parent family member) (July 1982)

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE		De o internationale No P. 1 / FR 01/02285
A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE CIB 7 C03C25/24		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation initiale consultée (système de données) sur les symboles de classement CIB 7 C03C		
Documentation consultée autre que la documentation initiale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et la(s) date(s), forme de recherche utilisée) EPO-Internal, WPI Data, PAJ		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents classés, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 4 536 447 A (HSU ED C) 20 août 1985 (1985-08-20) abrégé colonne 3, ligne 32 -colonne 3, ligne 47 colonne 3, ligne 50 -colonne 4, ligne 8 colonne 4, ligne 55 -colonne 5, ligne 16 colonne 5, ligne 17 -colonne 6, ligne 45 colonne 9, ligne 3 - ligne 45 A colonne 11, ligne 59 -colonne 12, ligne 7 ---	1-10, 13-18, 23-27
A	US 4 039 716 A (JOHNSON CARL A) 2 août 1977 (1977-08-02) abrégé exemple 1 colonne 8, ligne 8 - ligne 16 ---	11,18-21
A	US 4 039 716 A (JOHNSON CARL A) 2 août 1977 (1977-08-02) abrégé exemple 1 colonne 8, ligne 8 - ligne 16 ---	1-26
<input checked="" type="checkbox"/> Voir le texte du cadre C pour la fin de la liste des documents <input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en abrégé		
* Catégories spéciales de documents cités: *A* documents constituant l'état de la technique, non considérés comme particulièrement pertinents *E* documents antérieurs, mais publiés à la date de dépôt international ou après cette date *L* documents pour lesquels il est connu que la revendication de priorité ou celle-ci est considérée à la date de publication ou une autre citation ou pour une raison spéciale (liste qu'il est possible de modifier) *O* documents qui relèvent d'une divulgation orale, d'un usage, d'une exposition ou d'un autre événement *P* documents publiés avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée		
T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais qui peut constituer le fondement de la révélation concernant la base de l'invention *X* documents particulièrement pertinents: l'un ou l'autre revendiqué ne peut être considéré comme prioritaire ou comme impliquant une action inventive par rapport au document considéré comme pertinent *Y* documents particulièrement pertinents: l'un ou l'autre revendiqué ne peut être considéré comme impliquant une action inventive lorsque le document est accordé à un ou plusieurs autres utilisateurs de même nature, cette combinaison étant pertinente pour une personne du métier *Z* document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectuée et achevée 1 novembre 2001		Date d'expiration du présent rapport de recherche internationale 09/11/2001
Nom et adresse postale de l'administrateur chargé de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.O. Box 1, 7030 Strasbourg 2 NL 2890 EV Rijswijk Tel. (+31-70) 340 2000, fax: 31 70 340 2001 Fax: (+31-70) 340 2000		Fonctionnaire accrédité Granette, S

Formule de CIP (RAP) (première édition) (6/92) 1283

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

 Doc. internationale No
 PGI/FR 01/02285

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Categorie	Identification des documents cités, avec le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	WO 00 21900 A (LAWTON ERNEST L.; NOVICH BRUCE E (US); LAMMON HILINSKI KAMI (US); P) 20 avril 2000 (2000-04-20) abrégé page 35, ligne 3 - ligne 22 page 38, ligne 25 - ligne 29 page 41, ligne 1 - ligne 3 page 47, ligne 15 - ligne 29	1-10, 13-18, 23-26
E	& WO 01 09054 A (LAWTON ERNEST) 8 février 2001 (2001-02-08) abrégé page 4, ligne 28 - ligne 29; figure 1 page 74, ligne 1 - ligne 10	1-10, 13-18, 23-26

Formulaire PCT/ASAC/D (Suite) (Co. 3 de l'Annexe II) (Mars 1992)

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs membres de familles de brevets

Doc. internationale No
PC1/FR 01/02285

Document brevet cité au rapport de recherche	Classe de publication	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevets	Date de publication
US 4536447	A	20-08-1985	US 4626289 A	02-12-1986
US 4039716	A	02-08-1977	AU 8372275 A	10-02-1977
			BE 833356 A1	31-12-1975
			BR 7505408 A	03-08-1976
			CA 1075843 A1	15-04-1980
			DE 2534760 A1	08-04-1976
			DK 421275 A	21-03-1976
			FI 752475 A, B,	21-03-1976
			FR 2285352 A1	16-04-1976
			GB 1503926 A	15-03-1978
			IT 1042713 B	30-01-1980
			JP 51049991 A	30-04-1975
			NL 7511056 A	23-03-1976
WO 0021900	A	20-04-2000	AU 2788999 A	20-09-1999
			AU 6391499 A	01-05-2000
			BR 9908520 A	24-10-2000
			CN 1291963 T	18-04-2001
			EP 1060144 A1	20-12-2000
			EP 1124770 A1	22-08-2001
			HU 0101382 A2	28-08-2001
			NO 20004272 A	01-11-2000
			PL 342654 A1	02-07-2001
			TR 200002520 T2	22-01-2001
			WO 9944959 A1	10-09-1999
			WO 0021900 A1	20-04-2000
			AU 6497599 A	01-05-2000
			EP 1124769 A1	22-08-2001
			WO 0021899 A1	20-04-2000
			AU 6239300 A	19-02-2001
			AU 6383100 A	13-03-2001
			AU 6385100 A	13-03-2001
			AU 6385200 A	19-02-2001
			WO 0112701 A1	22-02-2001
			WO 0109054 A1	08-02-2001
			WO 0112702 A1	22-02-2001
			WO 0109226 A1	08-02-2001

* Résultats PCT/ASAC20 (renvoie aux familles de brevets) (état 1992)

フロントページの続き

(81)指定国 AP(GH,GM,KE,LS,MW,MZ,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,CH,CY,DE,DK,ES,FI,FR,GB,GR,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NO,NZ,PL,PT,RO,RU,SD,SE,SG,SI,SK,SL,TJ,TM,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VN,YU,ZA,ZW

(72)発明者 ボーフィス,セバスティアン

フランス国,エフ-60190 セルノイ,リュ サン-レミ,24

(72)発明者 カルロ,クレール

フランス国,エフ-60600 エルケリー,リュ アナトル フランス,10

(72)発明者 コベントリー-セイラー,キャスリーン エイチ.

アメリカ合衆国,ペンシルベニア 19341,エクストン,ペンブローク コート 105

Fターム(参考) 4G021 JA00

4G060 BA04 BA05 BC07 BC13 BD15