



SPF ECONOMIE, P.M.E.,
CLASSES MOYENNES & ENERGIE

NUMERO DE PUBLICATION : 1016253A3
NUMERO DE DEPOT : 2004/0526
Classif. Internat. : B01F B29B
Date de délivrance le : 06 Juin 2006

Le Ministre de l'Economie,

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;
Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;
Vu le procès verbal dressé le 27 Octobre 2004 à 15H20 à l'Office de la Propriété Intellectuelle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : INTERNATIONAL BRAIN SYSTEM S.A.
Rue Toussaint Gerkens 39/04, B-4052 BEAUFAYS(BELGIQUE)

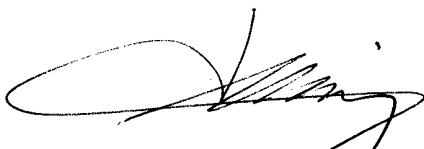
représenté(e)(s) par : POWIS de TENBOSSCHE Roland, CABINET BEDE, Boulevard Général Wabis 15 - B 1030 BRUXELLES.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE DE TRAITEMENT DE POLYMERES.

INVENTEUR(S) : Soulier Joël, Place du vieux pré 12A, F-28100 Dreux (FR)

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Pour expédition certifiée conforme


DRISQUE S.
Conseiller

Bruxelles, le 06 Juin 2006
PAR DELEGATION SPECIALE :


S. DRISQUE
Conseiller

Procédé de traitement de polymères

La présente invention a pour objet un procédé de préparation d'une composition polymère et/ou copolymère, dans lequel lesdits deux polymère(s) et/ou copolymère(s) différents sont mélangés à l'état fondu.

On connaît des procédés d'injection de matières thermoplastiques, dans lesquels deux matières thermoplastiques sont introduites dans une vis mélangeuse et de fusion des matières, avant de passer dans la tête d'injection ou d'extrusion. Le mélange de matières thermoplastiques a des propriétés qui dépendent des propriétés de chacune des matières, ainsi que des quantités de chacune des matières présentes dans le mélange. Ce mélange de matières est un simple mélange physique ne permettant pas d'obtenir l'une ou l'autre propriété remarquable.

L'invention a pour objet un procédé permettant d'opérer un mélange particulier de matières thermoplastiques, voire d'induire certaines réactions chimiques entre les matières.

L'invention a pour objet un procédé de préparation d'une composition polymère ou copolymère à partir d'un mélange d'au moins deux polymères et/ou copolymères différents, dans lequel lesdits deux polymère(s) et/ou copolymère(s) différents sont mélangés à l'état fondu. Dans ce procédé, on met le mélange desdits au moins deux polymère(s) et/ou copolymère(s) fondus en contact avec une structure au moins partiellement diélectrique et/ou magnétique, ladite structure présentant des passages et/ou pores pour le mélange fondu, lesdits passages ou pores présentant une section de passage de moins de 2mm^2 , avantageusement de moins de 1mm^2 , en particulier de moins de $500\mu\text{m}^2$. La section de passage est mesurée dans un plan perpendiculaire à la direction de mouvement du mélange dans la structure. On soumet ladite structure à un champ électrique ou magnétique. Vu la faible section de passage des pores ou passages de la structure diélectrique et/ou magnétique, le mélange de matières fondus passant dans ces pores ou passages est soumis à des

forces importantes, en particulier à des forces de striction ou de compression sur lui-même très importantes.

La structure est en particulier une structure avantageusement multi éléments ou multi billes, cette structure présentant une porosité utile pour le passage de polymère correspondant à 0,3 à 0,7 cm³ par cm³ de structure (avantageusement de 0,4 à 0,6 cm³ par cm³ de structure) (c'est-à-dire un taux de remplissage de la structure compris entre 30% et 70%, en particulier compris entre 40% et 60%) et une surface spécifique comprise entre 50 et 2000 cm² par cm³ de structure, avantageusement de 90 à 1000 cm² par cm³ de structure, de préférence de 120 à 600 cm² par cm³ de structure.

Le champ électrique statique et/ou pulsé est avantageusement supérieur à 0,5 mégavolts / mètre, en particulier compris entre 0,5 et 10 mégavolts / mètre, de préférence compris entre 2 et 7 mégavolts / mètre, tandis que le champ magnétique éventuellement alternatif est supérieur à 0,5 Tesla, en particulier compris entre 0,5 et 10 Tesla, de préférence compris entre 2 et 7 Tesla.

Le champ électrique est par exemple pulsé, en particulier sinusoïdal ou sensiblement sinusoïdal de fréquence variable ou non comprise entre 1 KHz et 10 GigaHz, la puissance du champ électrique continu ou pulsé étant comprise de 10 Watts à 10 Kwatts. La pulsation du champ électrique peut être du type pulsation carrée ou rectangulaire.

Le champ magnétique pulsé ou alternatif a avantageusement une fréquence comprise entre 5 et 40 KHz.

De préférence, on applique de manière simultanée un champ électrique ou magnétique statique et un champ électrique ou magnétique pulsé, en particulier sinusoïdal ou sensiblement sinusoïdal.

Le champ électrique ou magnétique statique est destiné à la polarisation des domaines diélectriques ou magnétiques (voir figure 4A polarisation des domaines diélectriques ou magnétiques des particules sous champ continu), tandis que le champ électrique ou magnétique pulsé ou sinusoïdal est destiné à l'excitation des

billes piézoélectriques, électrostrictives ou magnétostrictives (voir figure 4B montrant une déformation de la sphère sous l'action du champ électrique et/ou magnétique alternatif).

- 5 De façon avantageuse, le mélange de polymère(s) et/ou copolymère(s) fondus est poussé à travers la structure, la température du mélange étant comprise entre la température de fusion et la température de dégradation partiel du mélange, en particulier une température de 5°C à 100°C au dessus de la température de fusion, étant entendu que la température maximal est inférieure à la température de
- 10 dégradation.

De préférence, la structure est une structure au moins partiellement piézoélectrique et/ou électrostrictive et/ou magnétostrictive.

- 15 Selon un détail avantageux d'une forme de réalisation, la structure comporte au moins une partie destinée à être séparée du mélange après le contact du mélange avec ladite structure soumise à un champ électrique ou magnétique.
- En particulier, on pousse le mélange à travers la partie de la structure apte à être séparée du mélange après le contact du mélange avec ladite structure soumise à un
- 20 champ électrique ou magnétique. De préférence, la structure est une structure destinée à être séparée sensiblement complètement du mélange après le contact du mélange avec ladite structure soumise à un champ électrique ou magnétique.

- Selon une particularité avantageuse d'une forme de réalisation, au moins une partie
- 25 de la structure reste dans le mélange après l'application du champ électrique et/ou magnétique.

De préférence, la partie de la structure restant dans le mélange présente une granulométrie inférieure à 10µm, avantageusement inférieure à 5 µm, de préférence inférieure à 2µm, de manière encore plus préférentielle moins de 1µm.

30

Selon une autre forme de réalisation, on fait varier la pression du mélange en contact avec la structure soumise au champ électrique et/ou magnétique.

Selon une particularité de formes de réalisation avantageuse, on soumet le mélange fondu à un champ électrique et/ou magnétique pendant une période de temps suffisante pour améliorer au moins une caractéristique choisie parmi le module de
5 Young, l'imperméabilité, le non relargage ou la libération de matière, la résistance au choc, le vieillissement, et les combinaison de celles-ci.

Selon une autre particularité, le mélange comprend au moins un premier polymère ou copolymère destiné à être présent essentiellement dans une première phase apte
10 à former une matrice, et au moins un deuxième polymère ou copolymère destiné à être présent essentiellement dans une deuxième phase apte à être dispersée dans la première phase.

Dans une forme de réalisation particulière, le mélange contient au moins un
15 polymère liquide cristallin.

Dans le procédé suivant l'invention, les polymères et/ou copolymères du mélange sont avantageusement choisis pour permettre une transestérification au moins partielle entre les polymère(s) t/ou copolymère(s) du mélange.

20

Selon un détail d'une forme de réalisation, on traite un mélange contenant un polymère liquide cristallin en une quantité apte à former une phase dispersée s présentant sous la forme d'une série de microparticules de moins de 10 μ m, avantageusement de moins de 5 μ m, de préférence de moins de 2 μ m, plus
25 spécifiquement de moins de 1 μ m.

En particulier, le mélange utilisé dans le procédé suivant l'invention est un mélange thermoplastique ou un mélange apte à former une matrice thermoplastique.

30 Selon un procédé particulier, on soumet le mélange desdits au moins deux polymère(s) et/ou copolymère(s) fondus de manière successive à des traitements dus à l'action d'un champ diélectrique et/ou magnétique au moyen d'une structure

présentant des passages et/ou pores pour le mélange fondu, lesdits passages ou pores présentant une section de passage de moins de 2mm^2 , avantageusement de moins de 1mm^2 , en particulier de moins de $500\mu\text{m}^2$.

- 5 L'invention a également pour objet une composition thermoplastique apte à être préparée par le procédé suivant l'invention, ladite composition se présentant sous la forme d'une matrice thermoplastique dans laquelle une phase de polymère liquide cristallin est dispersée de manière homogène, la phase dispersée se présentant sous la forme de microparticules de moins de $10\mu\text{m}$, avantageusement de moins de $2\mu\text{m}$,
10 de préférence de moins de $1\mu\text{m}$.

Avantageusement, les microparticules présentent un facteur de répartition de taille à 80% (de préférence à 90%) de moins de 0,9, avantageusement de moins de 0,5.

Le facteur de répartition à 80% est égal à :

15

$$[2 (\phi_{80\%} - \phi_{20\%}) / (\phi_{80\%} + \phi_{20\%})]$$

tandis que le facteur de répartition à 90% est égal à

20 $[2 (\phi_{90\%} - \phi_{10\%}) / (\phi_{90\%} + \phi_{10\%})]$

Dans ces formules, $\phi_{xy\%}$ est la dimension maximale des particules de la fraction de particules dont le poids correspond à $xy\%$ du poids total des particules.

- 25 Avantageusement, la composition suivant l'invention contient de 0.01 à 5% en poids de phase de polymère liquide cristallin, avantageusement de 0,02 à 4% en poids, de préférence de 0,5 à 3,5% en poids.

Selon une forme de réalisation possible, cette composition est mélangée à un autre polymère ou composition polymère thermoplastique, de sorte que la composition
30 du mélange ainsi obtenue présente une teneur en composition suivant l'invention de 0,02 à 0,25% en poids.

Selon une forme de réalisation, la matière de la matrice thermoplastique est choisie pour former au moins partiellement des liens chimiques avec des microparticules de polymère liquide cristallin. De préférence, au moins 10% en poids des
5 microparticules, avantageusement au moins 20% en poids des microparticules, de préférence au moins 50% en poids des microparticules sont au moins partiellement liées chimiquement à la phase matrice, de préférence par des liens de transestérification.

10 Selon une forme de réalisation préférée, la composition présente un module de Young supérieur à 3 Giga Pascal et une résistance au choc supérieur à 150 J/m.

L'invention a enfin également pour objet :

- 15 - une pièce réalisée au moins partiellement en une composition suivant l'invention,
- l'utilisation du procédé suivant l'invention pour la mise en forme d'une matière au moins partiellement thermoplastique, de préférence utilisation dans laquelle la matière est moulée, injectée, coulée, extrudée, soufflée, étirée ou emboutie, et
- 20 - l'utilisation d'une composition suivant l'invention dans un procédé de mise en forme de celle-ci.

L'invention a enfin pour objet un dispositif pour la mise en œuvre d'un procédé suivant l'invention, ledit dispositif étant adapté pour être monté sur un système
25 d'amenée sous pression d'un mélange polymère(s) et/ou copolymère(s) fondu, en particulier une extrudeuse, ledit dispositif comprenant au moins :

- des billes diélectriques et/ou magnétiques de diamètre compris entre 10µm et 1000µm, en particulier de 20 à 500µm,
- une enveloppe avec une grille de retenue pour retenir les billes dans le
30 dispositif lors du passage du mélange fondu à travers ledit dispositif, et
- un moyen pour exciter au moins les billes diélectriques et/ou magnétiques.

De façon avantageuse, le dispositif comporte des billes diélectriques et/ou magnétiques, une première portion présentant un diamètre moyen en poids compris entre 10 et 1000 μm , tandis qu'une deuxième portion présente un diamètre moyen en poids inférieur à 1 μm . De préférence, le rapport en poids entre la première fraction et la deuxième fraction est compris entre 1 : 2 et 50 : 1, avantageusement entre 1 : 1 et 20 : 1, de préférence entre 3 : 1 et 10 : 1.

Les billes sont avantageusement réalisées en céramique piézoélectrique et/ou électrostrictive et/ou en alliage métallique magnétostrictif. En particulier, les billes sont réalisées en un matériau choisi parmi le zirconate titanate de plomb, titanate de plomb, le dioxyde de titane, le magnésium niobate de plomb, alliage ferromagnétique (par exemple à base de nickel, fer et cobalt), ferrite (par exemple nickel-zinc) et leurs mélanges.

Selon une forme de réalisation, le dispositif comporte en outre un moyen pour créer un champ électrique ou magnétique, ledit champ électrique statique et/ou pulsé étant supérieur à 0,5 mégavolts / mètre, en particulier compris entre 0,5 et 10 mégavolts / mètre, tandis que le champ magnétique éventuellement alternatif est supérieur à 0,5 Tesla, en particulier compris entre 0,5 et 10 Tesla.

c50'il comporte et

Des particularités et détails de formes de réalisation préférée ressortiront de la description détaillée suivante dans laquelle il est fait référence aux dessins ci-annexés.

Dans ces dessins,

- la figure 1 est une vue schématique d'une installation pour la mise en œuvre d'un procédé suivant l'invention,
- la figure 2 est une schématique du dispositif de traitement de l'installation,
- la figure 3 est une vue à plus grande échelle des billes du dispositif de la figure 2,

- les figures 4A et 4B sont des vues schématiques de sphères soumises respectivement à l'action d'un champ électrique statique (figure 4A) et à l'action d'un champ électrique pulsé avec déformation de la sphère (figure 4B), et
- 5 - la figure 5 est une vue en coupe à plus grande échelle d'une composition suivant l'invention.

L'installation de la figure 1 comprend :

- 10 - une trémie d'alimentation 1 de polyéthylène téréphthalate et de polymère liquide cristallin
- une extrudeuse 2 avec une vis d'entraînement, ladite extrudeuse comportant une section de mélange et une section de fusion de la matière, cette section amenant la température de la matière 10 à 15°C au dessus de la température de fusion, ladite extrudeuse poussant la matière fondue vers son extrémité,
- 15 - un dispositif 3 de traitement de la matière fondue, et
- une filière de mise en forme 4 .

Le dispositif 3 comporte une enveloppe extérieure 30, un noyau central 31, une grille de retenue de sortie 32, une grille de retenue d'entrée 33 et des billes diélectriques 34 situées entre les grilles 32,33. Un moyen 36 pour créer un champ électrique statique entre l'enveloppe 30 formant une électrode positive et le noyau 31 formant une électrode négative. Le champ électrique ainsi créé est un champ de 2 à 6 mégavolts/mètre. Avantageusement le moyen est adapté pour un champ électrique pulsé avec une fréquence pouvant aller à 10 giga hertz. La puissance du dispositif est par exemple variable de 0 Watt jusqu'à 10 kilo Watt.

Dans la forme de réalisation représentée, les billes 34 sont soumises à l'action d'un champ électrique continu et d'un champ électrique statique, le condensateur permettant le blocage du courant continu, tandis que l'inductance permet le blocage de la composante alternative.

Dans l'exemple représenté, les billes 34 comprennent une première fraction de billes 34A en zirconate titanate de plomb de diamètre moyen en poids d'environ 150 μ m, et une deuxième fraction de billes 34B en dioxyde de titane de diamètre moyen d'environ 0,3 μ m, le rapport en poids première fraction/deuxième fraction étant de 4. Le taux de remplissage en billes de la chambre 37 définie entre l'enveloppe 30 et le noyau 31 était de 60%, la surface spécifique développées par les billes étant de 200cm² par cm³.

Les grilles 32 et 33 sont avantageusement telles qu'elles empêchent les billes de grand diamètre (zirconate titanate de plomb) sortent du dispositif. Les particules de petit diamètre sont quant à elles emprisonnées entre les grosses billes.

Les grilles 32 et 33 sont réalisées en un matériau isolant ou non conducteur de l'électricité.

La filière de mise en forme est une filière apte à soumettre la matière à un champ continu tel que décrit dans la demande WO 01/53060. Une telle filière permet de faciliter le passage de la matière lors de son refroidissement vers la tête de sortie. De manière moins avantageuse, on peut utiliser une filière traditionnelle.

La matière suffisamment refroidie sort par la tête de la filière.

La figure 3 montre à plus grande échelle une portion des billes 34 du dispositif 3. Les billes 34B se placent dans les volumes creux situés entre les grosses billes 34A. Ceci permet de réduire le volume libre inter billes pour la mélange fondu à traiter. Ceci permet ainsi de soumettre la matière fondue à des efforts plus importants, en particulier à des efforts de contraction de la matière sur elle-même. Une telle contraction permet d'obtenir une réaction chimique entre les différentes molécules du mélange, en particulier la création de lien entre les molécules par transestérification. On a représenté sur cette figure le chemin parcouru par les molécules.

Le temps de passage de la matière fondue dans le dispositif 3 peut aller jusqu'à 100 secondes, voire plus, mais est avantageusement de moins de 10 secondes. La longueur L du dispositif 3 est par exemple comprise entre 5 cm et 100 cm.

- 5 La matière fondue est poussée dans ledit dispositif, par exemple avec une pression de $5 \cdot 10^5$ Pa à $350 \cdot 10^5$ Pa. Vu la contraction de la matière sur elle-même, la perte de charge créée dans le dispositif reste limitée, cette perte de charge étant toutefois fonction de la longueur du dispositif.
- 10 Sous l'action du champ électrique, les billes 34 subissent une déformation, ou écrasement dans le sens du champ et allongement dans une direction perpendiculaire au champ électrique.
- 15 Dans une forme de réalisation similaire à celle de la figure 1, le moyen 36 a été remplacé par un moyen apte à générer un champ magnétique statique (avantageusement coaxial à la direction d'écoulement de la matière ou au flux de matière) d'une induction comprise entre 2 et 5 Tesla. Le champ statique peut être alternatif avec une fréquence de 5 à 40 KHz.
- 20 Dans encore une autre forme de réalisation, l'installation comporte deux dispositifs particuliers, à savoir un premier pour soumettre la matière fondue à un champ électrique statique, pulsé ou sinusoïdal, et un deuxième pour soumettre la matière fondue traitée par le premier dispositif à l'effet d'un champ magnétique statique.
- 25 Dans toujours une autre forme de réalisation, l'installation comporte deux dispositifs particuliers, à savoir un premier pour soumettre la matière fondue à un champ électrique statique, pulsé ou sinusoïdal ou à un champ magnétique statique, et un deuxième pour soumettre la matière fondue traitée par le premier dispositif à l'effet d'un champ magnétique statique ou d'un champ électrique
- 30 statique ou pulsé ou sinusoïdal. Lesdits dispositifs distincts sont séparés l'un de l'autre par un élément intermédiaire dans lequel la matière fondue n'est pas soumise à un champ électrique ou magnétique par un dispositif.

- On a testé l'installation de la figure 1 pour extruder des pièces en polyéthylène téréphtalate chargées en polymère à cristaux liquides (PLC). Le mélange (mélange A) contient environ 1 % en poids de PLC. La figure 5 est une
- 5 représentation schématique du mélange A après son traitement dans le dispositif et après son refroidissement. Il apparaît de cette figure que le polymère à cristaux liquides (PLC) est distribué de manière sensiblement homogène dans la matrice formée de PET. Le polymère PLC se présente sous
- 10 la forme de petites particules allongées et orientées dans le sens du champ de moins de $1\mu\text{m}$, en particulier de moins de $0,5\mu\text{m}$, de préférence de $0,1\mu\text{m}$ à $0,5\mu\text{m}$, lesdites particules présentant un facteur de distribution granulométrique à 90% de moins de 0,5, ceci signifiant que les particules ont sensiblement toute un diamètre correspondant sensiblement au diamètre moyen.
- 15 On a mesuré le module de Young et la résistance au choc, pour le PET seul, pour le mélange PET + PLC sans champ électrique créé dans le dispositif 3 et avec un champ électrique de 3,5 Mégavolts.
- 20 On a procédé de même avec un mélange (Mélange B) obtenu en mélangeant 5 parts en poids de mélange A avec 95 parts en poids de polyéthylène PE de très haut poids moléculaire (de 50000 à 250000 par exemple). Le mélange B comprend ainsi 95% en poids de polyethylene, 0,05% de PLC et 4,95% de PET.

Les résultats de ces test sont donnés dans le tableau suivants :

	Module de Young Giga Pa	Résistance au choc J/m
PET seul	0,5	30
Mélange A sans le procédé	1,2	100
Mélange A avec le procédé	4,5	200
PE haute densité seul	0,3	900
Mélange B sans le procédé	0,8	800
Mélange B avec le procédé	3,5	600

5 On a répété l'exemple de réalisation avec d'autres compositions, à savoir :

Composition en % en poids	PET	PLC	PE	talc	montmorillonite
A1	97	3			
A2	99,4	0,6			
A3	94	1		5	
A4	94	1			5
A5	90	0,9		5	5,1
A6	80	2		8	10
A7	80	2			18
B1	9,9	0,1	90		
B2	18,8	0,2	80		
B3	9,9	0,1	80		10
B4	9,9	0,1	80	5	5
B5	9,9	0,1	70	5	15
B6	4,9	0,1	80	5	10
B7	4,9	0,1	80		15

5 Dans ces exemples, d'autres additifs peuvent être ajoutés, ces additifs étant de préférence des composants modificateurs à l'échelle nanoscopique, tels que par exemple des argiles (par exemple de la montmorillonite), des carbonates (par exemple du carbonate de calcium), du talc, etc., ces additifs pouvant être présents dans la composition à raison de 1 à 20% en poids.

10 On a répété l'exemple de réalisation mais avec d'autres mélanges thermoplastiques, à savoir le polycarbonate, le PVC, le propylène, élastomères thermoplastiques du type butadiène, EPDM, nitrile, etc.

Revendications

1. Procédé de préparation d'une composition polymère ou copolymère à partir d'un mélange d'au moins deux polymères et/ou copolymères différents, dans lequel
5 lesdits deux polymère(s) et/ou copolymère(s) différents sont mélangés à l'état fondu, caractérisé en ce qu'on met le mélange desdits au moins deux polymère(s) et/ou copolymère(s) fondus en contact avec une structure au moins partiellement diélectrique et/ou magnétique, ladite structure présentant des passages et/ou pores pour le mélange fondu, lesdits passages ou pores présentant une section de passage
10 de moins de 2mm^2 , avantageusement de moins de 1mm^2 , en particulier de moins de $500\mu\text{m}^2$, et dans lequel on soumet ladite structure à un champ électrique ou magnétique, ledit champ électrique statique et/ou pulsé étant supérieur à 0,5 mégavolts / mètre, en particulier compris entre 0,5 et 10 mégavolts / mètre, tandis que le champ magnétique éventuellement alternatif est supérieur à 0,5 Tesla, en
15 particulier compris entre 0,5 et 10 Tesla.
2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on soumet de manière simultanée la structure à un champ électrique ou magnétique statique et à un champ électrique ou magnétique pulsé.
20
3. Procédé suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le mélange de polymère(s) et/ou copolymère(s) fondus est poussé à travers la structure, la température du mélange étant comprise entre la température de fusion et la température de dégradation partiel du mélange, en particulier une température de
25 5°C à 100°C au dessus de la température de fusion, étant entendu que la température maximal est inférieure à la température de dégradation.
4. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la structure est une structure au moins partiellement piézoélectrique et/ou électrostrictive et/ou
30 magnétostrictive.

5. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la structure comporte au moins une partie destinée à être séparée du mélange après le contact du mélange avec ladite structure soumise à un champ électrique ou magnétique.
- 5
6. Procédé suivant la revendication 5, caractérisé en ce qu'on pousse le mélange à travers la partie de la structure apte à être séparée du mélange après le contact du mélange avec ladite structure soumise à un champ électrique ou magnétique.
- 10 7. Procédé suivant la revendication 5 ou 6, caractérisé en ce que la structure est une structure destinée à être séparée sensiblement complètement du mélange après le contact du mélange avec ladite structure soumise à un champ électrique ou magnétique.
- 15 8. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'au moins une partie de la structure reste dans le mélange après l'application du champ électrique et/ou magnétique.
- 20 9. Procédé suivant la revendication précédente, caractérisé en ce que la partie de la structure restant dans le mélange présente une granulométrie inférieure à 10 μm , avantageusement inférieure à 5 μm , de préférence inférieure à 2 μm .
- 25 10. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on fait varier la pression du mélange en contact avec la structure soumise au champ électrique et/ou magnétique.
- 30 11. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on soumet le mélange fondu à un champ électrique et/ou magnétique pendant une période de temps suffisante pour améliorer au moins une caractéristique choisie parmi le module de Young, l'imperméabilité, le non relargage ou la libération de matière, la résistance au choc, le vieillissement, et les combinaisons de celles-ci.

12. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le mélange comprend au moins un premier polymère ou copolymère destiné à être présent essentiellement dans une première phase apte à former un
- 5 matrice, et au moins un deuxième polymère ou copolymère destiné à être présent essentiellement dans une deuxième phase apte à être dispersée dans la première phase.
13. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé
- 10 en ce que le mélange contient au moins un polymère liquide cristallin.
14. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les polymères et/ou copolymères du mélange sont choisis pour permettre une transestérification au moins partielle entre les polymère(s) t/ou copolymère(s)
- 15 du mélange.
15. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on traite un mélange contenant un polymère liquide cristallin en un quantité apte à former une phase dispersée s présentant sous la forme d'une série de
- 20 microparticules de moins de 10 μ m, avantageusement de moins de 5 μ m, de préférence de moins de 2 μ m, plus spécifiquement de moins de 1 μ m.
16. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le mélange est un mélange thermoplastique ou un mélange apte à former
- 25 une matrice thermoplastique.
17. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on soumet le mélange desdits au moins deux polymère(s) et/ou copolymère(s) fondus de manière successive à l'action d'un champ diélectrique
- 30 et/ou magnétique au moyen d'une structure présentant des passages et/ou pores pour le mélange fondu, lesdits passages ou pores présentant une section de passage

de moins de 2mm^2 , avantageusement de moins de 1mm^2 , en particulier de moins de $500\mu\text{m}^2$.

- 5 18. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la structure comprend au moins : des billes diélectriques et/ou magnétiques de diamètre compris entre $10\mu\text{m}$ et $1000\mu\text{m}$, en particulier de 20 à $500\mu\text{m}$, lesdites billes étant placées dans une chambre d'une enveloppe, le taux de remplissage en billes de la chambre de l'enveloppe étant compris entre 30% et 70% en volume.
- 10 19. Procédé suivant la revendication précédente, caractérisé en ce que la structure comprend des billes diélectriques et/ou magnétiques, une première portion présentant un diamètre moyen en poids compris entre 10 et $1000\mu\text{m}$, tandis qu'une deuxième portion présente un diamètre moyen en poids inférieur à $1\mu\text{m}$.
- 15 20. Procédé suivant la revendication précédente, caractérisé en ce que le rapport en poids entre la première fraction et la deuxième fraction est compris entre 1 : 2 et 50 : 1, avantageusement entre 1 : 1 et 20 : 1, de préférence entre 3 : 1 et 10 : 1.
- 20 21. Composition thermoplastique apte à être préparée par le procédé de la revendication précédente, ladite composition se présentant sous la forme d'une matrice thermoplastique dans laquelle une phase de polymère liquide cristallin est dispersée de manière homogène, la phase dispersée se présentant sous la forme de microparticules avantageusement allongées de moins de $10\mu\text{m}$, avantageusement
- 25 de moins de $2\mu\text{m}$, de préférence de moins de $1\mu\text{m}$.
22. Composition suivant la revendication précédente, caractérisée en ce que les microparticules présentent un facteur de répartition de taille à 80% de moins de 0,9, avantageusement de moins de 0,5.

23. Composition suivant la revendication 21 ou 22, caractérisée en ce qu'elle contient de 0,01 à 5% en poids de phase de polymère liquide cristallin, avantageusement de 0,02 à 4% en poids, de préférence de 0,5 à 3% en poids.
- 5 24. Composition suivant l'une des revendications 21 à 23, caractérisée en ce que la matière de la matrice thermoplastique est choisie pour former au moins partiellement des liens chimiques avec des microparticules de polymère liquide cristallin.
- 10 25. Composition suivant la revendication précédente, caractérisée en ce qu'au moins 10% en poids des microparticules, avantageusement au moins 20% en poids des microparticules, de préférence au moins 50% en poids des microparticules sont au moins partiellement liées chimiquement à la phase matrice, de préférence par des liens de transestérification.
- 15 26. Composition suivant l'une des revendications 21 à 25, caractérisée en ce qu'elle présente un module de Young supérieur à 3 Giga Pascal et une résistance au choc supérieur à 150 J/m.
- 20 27. Pièce réalisée au moins partiellement en une composition suivant l'une des revendications 21 à 26.
- 25 25. Utilisation du procédé suivant l'une des revendications 1 à 17, pour la mise en forme d'une matière au moins partiellement thermoplastique.
26. Utilisation selon la revendication précédente, dans laquelle la matière est moulée, injectée, coulée, extrudée, soufflée, étirée ou emboutie.
27. Utilisation d'une composition suivant l'une des revendications 18 à 23, dans un
- 30 procédé de mise en forme de celle-ci.

28. Dispositif pour la mise en œuvre d'un procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 17, ledit dispositif étant adapté pour être monté sur un système d'amenée sous pression d'un mélange polymère(s) et/ou copolymère(s) fondu, en particulier une extrudeuse, ledit dispositif comprenant au moins :

- 5 - des billes diélectriques et/ou magnétiques de diamètre compris entre 10µm et 1000µm, en particulier de 20 à 500µm,
- une enveloppe avec une grille de retenue pour retenir les billes dans le dispositif lors du passage du mélange fondu à travers ledit dispositif, et
- un moyen pour exciter au moins les billes diélectriques et/ou magnétiques.

10

29. Dispositif suivant la revendication précédente, caractérisé en ce que le dispositif comporte des billes diélectriques et/ou magnétiques, une première portion présentant un diamètre moyen en poids compris entre 10 et 1000µm, tandis qu'une deuxième portion présente un diamètre moyen en poids inférieur à 1µm.

15

30. Dispositif suivant la revendication précédente, caractérisé en ce que le rapport en poids entre la première fraction et la deuxième fraction est compris entre 1 : 2 et 50 : 1, avantageusement entre 1 : 1 et 20 : 1, de préférence entre 3 : 1 et 10 : 1.

20 31. Dispositif suivant l'une des revendications 28 à 30, caractérisé en ce que les billes sont réalisées en céramique piézoélectrique et/ou électrostrictive et/ou en alliage métallique magnétostrictif.

25 32. Dispositif suivant l'une des revendications 28 à 31, caractérisé en ce que les billes sont réalisées en un matériau choisi parmi le zirconate titanate de plomb, le dioxyde de titane, le magnésium niobate de plomb, titanate de plomb, alliage ferromagnétique, ferrite et leurs mélanges.

30 33. Dispositif suivant l'une des revendications 28 à 32, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un moyen pour créer un champ électrique ou magnétique, ledit champ électrique statique et/ou pulsé étant supérieur à 0,5 mégavolts / mètre, en particulier compris entre 0,5 et 10 mégavolts / mètre, tandis que le champ

magnétique éventuellement alternatif est supérieur à 0,5 Tesla, en particulier compris entre 0,5 et 10 Tesla.

34. Dispositif suivant l'une quelconque des revendications 28 à 33, caractérisé en
- 5 ce qu'il comporte en outre une chambre de mise en forme dans laquelle le mélange est soumis à un champ électrique continu.

SCHEMA DE PRINCIPE

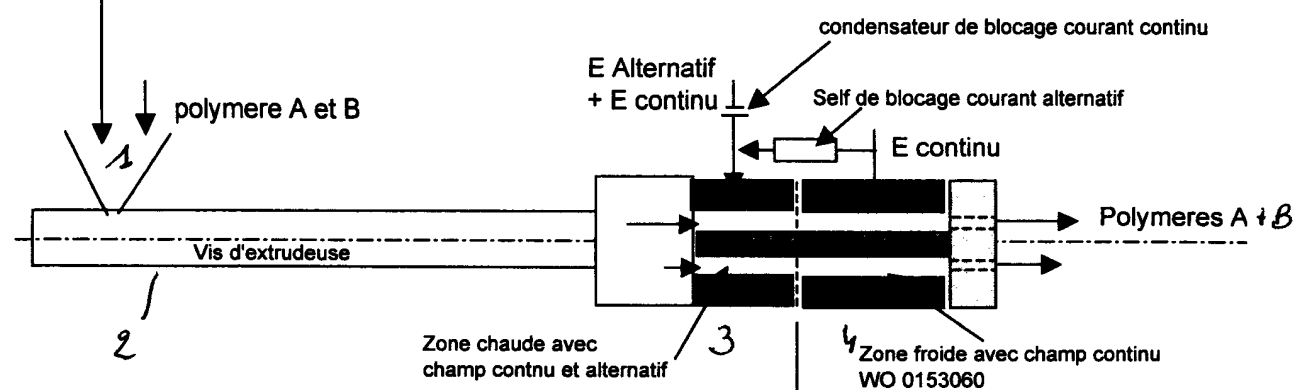


Fig 1

22

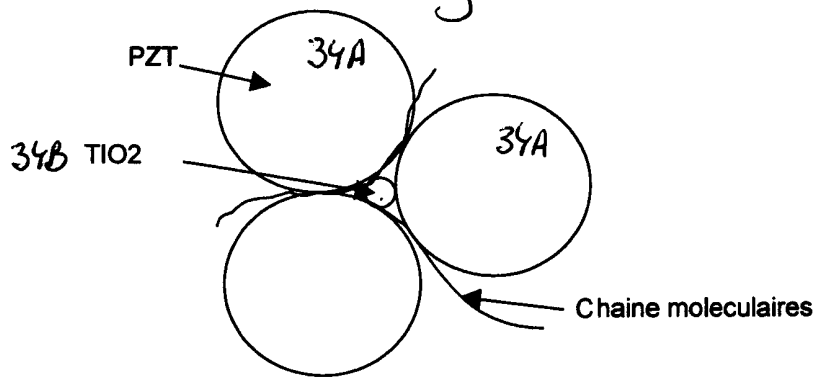
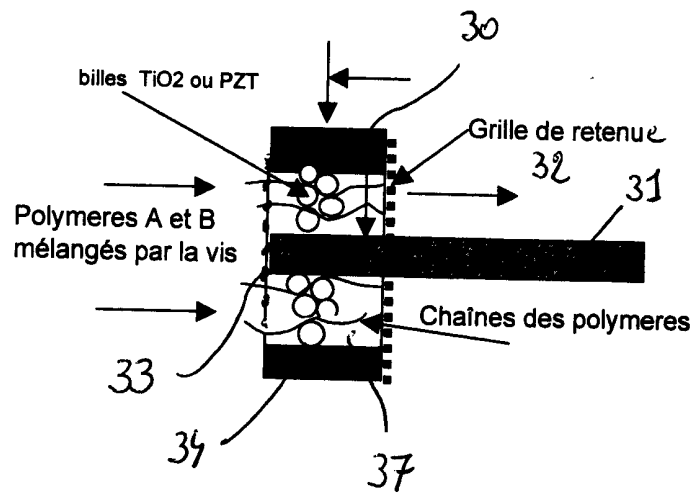


Fig 3

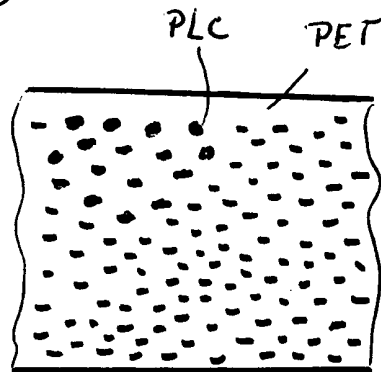


Fig 5

23

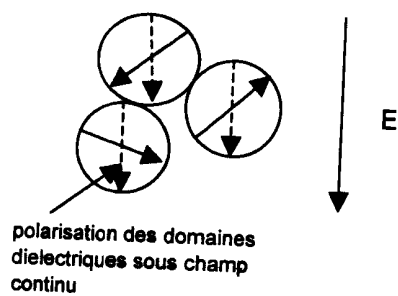


FIG 4A

déformation de la sphere
sous l'action du champ électrique
alternatif



Fig 4B

Procédé de traitement de polymères

- 5 Procédé de préparation d'une composition polymère, dans lequel deux polymères différents sont mélangés à l'état fondu, caractérisé en ce qu'on met le mélange de polymère fondus en contact avec une structure au moins partiellement diélectrique et/ou magnétique et présentant des passages de moins de 2mm^2 , et dans lequel on soumet ladite structure à un champ électrique ou magnétique.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BO 9000
BE 200400526

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
A,D	WO 01/53060 A (INTERNATIONAL BRAIN SYSTEM S.A; SOULIER, JOEL) 26 juillet 2001 (2001-07-26) * page 1, ligne 5 - page 3, ligne 7 * * page 3, ligne 24 - page 4, ligne 15 * * figures * -----	1-37	B01F5/06 B29B7/32 B29B13/08 B01F13/00
A	WO 00/46276 A (ADVANCED POLYMER TECHNOLOGY, INC) 10 août 2000 (2000-08-10) * page 1, ligne 5 - ligne 10 * * page 6, ligne 27 - ligne 31 * * page 32, ligne 13 - page 33, ligne 9 * * figures 9-11 * -----	1-37	
A	WO 02/26368 A (MERCATEL GROEP BV; DURING, JOHN) 4 avril 2002 (2002-04-04) * page 2, ligne 7 - ligne 30 * * figure 1 * -----	1-37	
A	DE 101 62 124 A1 (PLAMEX MASCHINENBAU GMBH) 3 juillet 2003 (2003-07-03) * alinéa '0001! * * alinéa '0008! - alinéa '0010! * * figure 1 * -----	1-37	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7) B01F B29B
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
12 juillet 2005		Real Cabrera, R	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ----- & : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BO 9000
BE 200400526

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

12-07-2005

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 0153060 A	26-07-2001	BE 1013246 A3	06-11-2001
		AT 290949 T	15-04-2005
		AU 775217 B2	22-07-2004
		AU 2819701 A	31-07-2001
		WO 0153060 A2	26-07-2001
		BR 0107818 A	29-10-2002
		CA 2398234 A1	26-07-2001
		CN 1404437 A	19-03-2003
		DE 60109425 D1	21-04-2005
		EP 1261469 A2	04-12-2002
		JP 2003520142 T	02-07-2003
		US 2003047842 A1	13-03-2003
WO 0046276 A	10-08-2000	AU 2867900 A	25-08-2000
		WO 0046276 A1	10-08-2000
		US 6316518 B1	13-11-2001
WO 0226368 A	04-04-2002	NL 1016271 C1	27-03-2002
		AU 1282202 A	08-04-2002
		WO 0226368 A2	04-04-2002
DE 10162124 A1	03-07-2003	AUCUN	