

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑳ Numéro de dépôt: **89400292.2**

⑤① Int. Cl.⁴: **B 28 B 1/26**
B 29 C 33/30

㉔ Date de dépôt: **02.02.89**

③① Priorité: **05.02.88 FR 8801379**

④③ Date de publication de la demande:
23.08.89 Bulletin 89/34

⑥④ Etats contractants désignés:
AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE

⑦① Demandeur: **S.A. ELMETHERM**
F-87310 St-Laurent-sur-Gorre (FR)

⑦② Inventeur: **Reynier, Jacques**
Lestrade
F-87110 Bosmie l'Aiguille (FR)

Lenfant, Jean-Pierre
Puy du Moulin
F-87600 Rochechouard (FR)

Puchois, Patrick
Les Terrasses Saint-Auvent
F-87310 Saint-Laurent-sur-Gorre (FR)

⑦④ Mandataire: **Ahner, Francis et al**
CABINET REGIMBEAU 26, avenue Kléber
F-75116 Paris (FR)

⑤④ **Procédé de fabrication de moules destinés en particulier à la réalisation de pièces en matières céramiques et moules ainsi obtenus.**

⑤⑦ Le procédé selon l'invention se caractérise en ce que l'on effectue les opérations suivantes :

a) réalisation d'un prémélange contenant une charge minérale ou céramique choisie parmi les matières siliceuses, alumineuses ou argileuses et une résine époxyde, au moins 40 % en poids de ladite charge présentant une granulométrie comprise entre 60 et 80 µm, la quantité en poids de résine par rapport à ladite charge étant comprise entre 5 et 20 %,

b) réalisation d'un mélange par malaxage dudit prémélange avec un durcisseur approprié,

c) mise en forme de la couche superficielle du moule par tamisage puis damage d'une première partie dudit mélange dans une mère de moule,

d) traitement de la surface lisse formée lors de l'étape c) afin de la rendre rugueuse,

e) mise en place sur la couche superficielle du moule et damage de la seconde partie dudit mélange pour compléter l'épaisseur de paroi du moule,

f) prédurcissement du moule à température ambiante pendant environ 24 heures,

g) démoulage et durcissement du moule par polymérisation suivant un cycle approprié de montée en tempéra-

ture.

Description

PROCEDE DE FABRICATION DE MOULES DESTINES EN PARTICULIER A LA REALISATION DE PIECES EN MATIERES CERAMIQUES ET MOULES AINSI OBTENUS.

5 La présente invention concerne un procédé de fabrication de moules destiné particulièrement à la réalisation de pièces en matières céramiques, ainsi que les moules obtenus par la mise en oeuvre d'un tel procédé.

La production de pièces en matière céramique est généralement réalisée dans des moules à structure poreuse qui sont destinés à absorber en totalité ou en partie l'eau contenue dans les matières céramiques liquides ou plastiques.

10 Cette absorption d'eau dans la structure poreuse du moule permet de former des pièces de céramique fermes, bien sèches, ce qui leur confère une bonne stabilité avant la cuisson.

Dans l'état de la technique, on utilise principalement, pour la réalisation de ces moules, du plâtre ou des mélanges à base de plâtre. L'utilisation de moules en plâtre conduit à des résultats très insuffisants, compte tenu de la grande fragilité de ce matériau. La surface active du moule réalisé se désagrège très facilement.

15 On a également tenté de charger le plâtre, principalement à l'aide de résines synthétiques. Les moules réalisés ne bénéficient pas de valeur suffisamment élevée de résistance à l'abrasion et à la rupture. En outre, la durée d'utilisation de ces moules n'excède que rarement 1000 à 2000 démoulages.

On a également proposé un procédé de fabrication de moules dans lequel on réalise un premier mélange par malaxage d'un liant avec une charge pulvérulente minérale et un second mélange par malaxage d'un liant avec une charge grossière minérale. Le premier mélange est alors mis en forme sur la mère de moule, par 20 damage. On met en place sur la couche superficielle du moule ainsi réalisée le second mélange afin de compléter l'épaisseur de paroi du moule. Le moule est ensuite séché et polymérisé.

L'utilisation de deux granulométries différentes rend le procédé difficile à mettre en oeuvre. De plus, le liant et la charge grossière ont tendance à former des agglomérats, ce qui rend fastidieux la mise en place et le 25 damage du mélange jusqu'à la hauteur désirée. Enfin, la différence de granulométrie entre les deux charges se traduit par des pertes de charge relativement importantes lors de l'insufflation d'air dans le moule afin d'effectuer le démoulage de la pièce réalisée.

La présente invention a pour but de fournir un procédé de fabrication de moules, simple dans sa mise en oeuvre, rapide et peu coûteux, qui permet d'obtenir des moules poreux présentant un excellent état de 30 surface ainsi que de bonnes résistances mécaniques et chimiques.

Le procédé de la présente invention comprend les opérations suivantes :

- a) réalisation d'un prémélange contenant une charge minérale ou céramique choisie parmi les matières siliceuses, alumineuses ou argileuses et une résine époxyde, au moins 40 % en poids de ladite charge présentant une granulométrie comprise entre 60 et 80 μm , la quantité en poids de résine par rapport à 35 ladite charge étant comprise entre 5 et 20 %,
- b) réalisation d'un mélange par malaxage dudit prémélange avec un durcisseur approprié,
- c) mise en forme de la couche superficielle du moule par tamisage puis damage d'une première partie dudit mélange dans une mère de moule,
- d) traitement de la surface lisse formée lors de l'étape c) afin de la rendre rugueuse,
- 40 e) mise en place sur la couche superficielle du moule et damage de la seconde partie dudit mélange pour compléter l'épaisseur de paroi du moule,
- f) prédurcissement du moule à température ambiante pendant environ 24 heures,
- g) démoulage et durcissement du moule par polymérisation suivant un cycle approprié de montée en température.

45 Selon une autre caractéristique, une charge préférée pour la mise en oeuvre du procédé est le corindon. Cette charge de corindon consiste avantageusement en un mélange de corindon de 150 Mesh et de corindon 220 Mesh dans un rapport en poids voisin de 3/7.

Selon un mode préféré de l'invention, il peut être réalisé une pré-imprégnation de la charge par un silane. Les propriétés mécaniques des moules sont alors nettement améliorées.

50 D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront à la lecture de la description détaillée faite ci-après.

Conformément au procédé de l'invention, on réalise un prémélange contenant une charge et une résine.

Ladite charge, de nature minérale ou céramique, est choisie parmi les matières siliceuses, alumineuses ou argileuses. Il s'agit par exemple, de corindon, d'ardoise, de sable ou de billes de verre. Le corindon constitue 55 une charge préférée. Selon l'invention, au moins 40 % en poids de cette charge présente une granulométrie comprise entre 60 et 80 μm . De préférence cette charge ne comprendra pratiquement pas de particules inférieures à 40 μm . De cette façon, on est assuré d'avoir une parfaite homogénéité de la charge et une parfaite cohésion du moule.

60 Une charge de corindon consistant en un mélange de corindon 150 Mesh et 220 Mesh dans un rapport en poids voisin de 3/7, conduit à de bons résultats, en particulier avec le profil granulométrique suivant (pourcentages en poids).

0	-	40 µm	0	-	0,3 %	
40	-	63 µm	5	-	18 %	
63	-	80 µm	40	-	80 %	
80	-	100 µm	10	-	20 %	
100	-	120 µm	0	-	8 %	5

La résine utilisée est une résine époxyde. Les résines époxydes utilisables selon l'invention peuvent être de nature diverse. Dans la pratique, l'utilisation de la résine époxyde commercialisée par la Société CIBA-GEIGY sous la marque LW 561® donne de bons résultats et permet d'obtenir des moules tout à fait satisfaisants. 10

Pour que le prémélange résine/charge soit homogène et pour qu'il puisse conduire à moule perméable et résistant, il faut que le taux de résine soit suffisant pour couvrir uniformément chaque grain selon une épaisseur K. Par ailleurs, K doit être suffisamment faible eu égard au diamètre moyen Θ des grains de la charge afin de ne coller les grains ensemble que par points (perméabilité) avec le maximum de points de liaison (résistance). Ainsi, pour obtenir un rapport donnant une porosité convenable, le taux de résine pure peut être déterminé selon la formule suivante : 15

$$\% L = \frac{100}{1 + \frac{pc}{pl} \left[\frac{1}{\left(\frac{\Theta + K}{\Theta} \right)^3 - 1} \right]} \quad 20$$

25

avec pc : masse volumique vraie de la charge (en g/cm³)

pl : masse volumique de la résine (en g/cm³)

Selon l'invention, la quantité en poids de résine par rapport à la charge sera comprise entre 1 et 20 %. En pratique, un taux de résine voisin de 7,5 % est particulièrement préféré. 30

Le prémélange peut être réalisé selon l'invention en introduisant la charge dans un malaxeur puis en incorporant la résine en la versant sur ladite charge. Le malaxage est effectué jusqu'à ce que le prémélange soit homogène.

Afin d'améliorer la mouillabilité de la charge par la résine, il peut être réalisé, préalablement à l'incorporation de la résine à la charge, une pré-imprégnation de cette charge par un silane. 35

Selon ce mode de réalisation préféré, il est ajouté, après dosage des deux granulométries du corindon puis malaxage de la charge, un silane en solution dans un alcool, ces deux composés ayant été préalablement dosés. Le silane utilisé est un silane époxy c'est-à-dire un silane A 187 commercialisé par la Société Union Carbide ou un silane SI 251 ou SI 252 commercialisés par la Société DEGUSSA. L'alcool utilisé pour dissoudre le silane est un alcool éthylique dénaturé à 95 %. Le silane est dilué à 5 % dans l'alcool. Selon ces conditions, il sera utilisé un pourcentage en poids de silane variant de 0,5 % à 2 % par rapport à la charge. 40

Suite à l'ajout de cette solution de silane sur la charge dans le malaxeur en fonctionnement, il est effectué un malaxage d'une heure puis l'évaporation de l'alcool. L'incorporation à la charge de la résine est ensuite réalisée comme décrit précédemment. 45

Un durcisseur approprié est ensuite ajouté et mélangé intimement avec le prémélange. Dans la pratique, l'utilisation d'un durcisseur commercialisé par la Société CIBA-GEIGY sous la marque HY 216® conduit à de bons résultats lorsqu'il est associé à la résine particulière précitée.

Selon l'étape c) du procédé conforme à l'invention, on met en forme la couche superficielle du moule, par damage d'une première partie du mélange obtenu par l'incorporation du durcisseur. Cette étape est essentielle dans la réalisation du moule et nécessite d'être effectuée avec beaucoup de soin afin d'obtenir un excellent état de surface. L'épaisseur de la couche superficielle sera, par exemple, voisine de 20 mm. 50

Selon l'étape suivante du procédé de l'invention, l'état de la surface libre précédemment formée lors du damage de la première partie du mélange est modifié, de façon à la rendre rugueuse et désordonnée. On peut, par exemple, procéder à un rainurage de la surface. 55

On effectue alors la mise en place sur la couche superficielle du moule, précédemment déposée, et le damage de la seconde partie dudit mélange, de façon à compléter l'épaisseur de paroi du moule.

Après cette opération, on procède au prédurcissement du moule en le maintenant à la température ambiante pendant environ 24 heures.

On réalise ensuite le démoulage puis le durcissement du moule par polymérisation suivant un cycle approprié de montée en température. 60

Précédemment à cette opération de démoulage, on peut réaliser des cheminées d'évacuation d'eau et d'insufflation d'air par introduction dans le moule de tiges jusqu'à environ 20 mm de la surface de séparation du moule et de la mère du moule. Ces cheminées ou conduits seront utiles lors de la fabrication de pièces céramiques, pour faciliter l'évacuation vers l'extérieur du moule de l'eau contenue dans la barbotine. Elles sont 65

également utiles pour amener jusqu'à la pièce réalisée, l'air comprimé nécessaire à son démoulage.

De préférence, ces cheminées sont également réparties sur la surface du moule.

Postérieurement au durcissement du moule par polymérisation, on répandra, si on le désire, un mélange de résine et de durcisseur sur la surface extérieure et sur la surface non active du moule afin de les rendre
5 imperméables. On aura bien entendu, pris soin de réaliser cette opération alors que les tiges, de dimensions suffisamment grandes, nécessaires à la réalisation des cheminées sont encore dans le moule.

Les moules obtenus par la mise en oeuvre du procédé de la présente invention présentent une porosité ouverte comprise entre 20 et 30 % et d'excellentes caractéristiques mécaniques.

Les exemples suivants illustrent, à titre indicatif mais non limitatif la mise en oeuvre du procédé de la
10 présente invention.

EXEMPLE 1 :

On réalise un moule à l'aide d'une charge de corindon présentant la répartition granulométrique suivante :

15	0	-	40 μm	0,29 %
	40	-	63 μm	16,70 %
	63	-	80 μm	55,35 %
	80	-	100 μm	19,61 %
20	100	-	120 μm	8,05 %

On procède au mélange de ladite charge avec 7,5 % en poids de résine LW 561® dans un malaxeur à bras en forme de Z. Le malaxage s'effectue pendant une heure environ, à la température ambiante.

On incorpore lentement le durcisseur HY 216® (28 % en poids par rapport à la résine) sur le mélange afin de
25 réaliser une bonne distribution. L'enlèvement du produit s'effectue, malaxeur en fonctionnement. L'excédent adhérent aux parois et aux bras du malaxeur est éliminé.

On répand alors une partie du mélange sur la mère de moule. On procède à un damage manuel de cette charge jusqu'à l'obtention d'une épaisseur voisine de 20 mm. On modifie l'état de la surface libre ainsi formée de façon à former des rainures. On répartit alors la seconde partie du mélange dans le moule, en petites
30 quantités. Entre chaque ajout, on procède à un damage. Cette opération est répétée jusqu'à l'obtention de la hauteur désirée. La surface arrière du moule est ensuite mise à niveau.

Après avoir effectué un relevé topographique du profil de la pièce à mouler, on introduit des tiges jusqu'à environ 20 mm de la surface de travail du moule (entr'axe des cheminées : 20 mm, diamètre de perçage 5 mm).

Après 24 heures de durcissement à la température ambiante, le moule façonné est démoulé.

Le moule subit alors un cycle thermique de polymérisation jusqu'à une température voisine de 120°C qui est maintenue pendant 48 heures. La vitesse de montée en température est de 10°C par heure avec un palier d'au
35 moins 30 minutes toutes les 20°C.

Après polymérisation, on répand sur la surface extérieure du moule un mélange résine/durcisseur/accélérateur afin d'assurer l'étanchéité du cadre extérieur et de la surface arrière du moule. On a pris soin de laisser
40 les tiges disposées précédemment dans le moule : celles-ci présentent une longueur suffisante pour pouvoir être ôtées ultérieurement. Le mélange consiste en une résine CY 219®, un durcisseur HY 977, et un accélérateur DY 060®, vendus par la Société CIBA GEIGY.

Le moule réalisé présente les caractéristiques suivants :

- résistance à la flexion : 182 N/mm²,
- 45 - module de flexion : 122 138 daN/cm²
- porosité totale : 29 %,
- perméabilité : 0,190 μperm

Selon un mode de réalisation particulier, la face arrière du moule, qui comporte des rainures de distribution d'air comprimé ou d'eau, est fixée sur une plaque métallique par vis autotaraudeuses.

50

EXEMPLE 2 :

Préalablement à l'incorporation de la résine, il est réalisé une pré-imprégnation de la charge par un silane le A 187 commercialisé par la Société Union Carbide et dilué à 5 % dans l'alcool éthylique dénaturé à 95 %, à des pourcentages en poids variant de 0,5 % à 1, 5 % par rapport à la charge.

La résistance mécanique et la porosité des éprouvettes ainsi obtenues sont présentées dans le tableau
55 suivant :

60

65

Pourcentage de silane	0	0,5	0,75	1	1,25	1,5
Porosité en %	29,43	29,25	29,06	28,97	28,79	28,43
Contrainte à la rupture éprouvette sèche MPa	22,94	30,34	33,75	36,26	37,25	37,23
Contrainte à la rupture éprouvette humide* MPa	14,38	29,82	31,73	34,41	35,72	35,41

* éprouvette humide : éprouvette ayant séjournée 24 heures dans de l'eau.

Les résultats montrent que l'apport de silane n'entraîne qu'une légère diminution de la porosité et améliore nettement la résistance mécanique

Revendications

1. Procédé de fabrication de moules destinés en particulier à la réalisation de pièces en matières céramiques, caractérisé en ce que l'on effectue les opérations suivantes :

a) réalisation d'un prémélange contenant une charge minérale ou céramique choisie parmi les matières siliceuses, alumineuses ou argileuses et une résine époxyde, au moins 40 % en poids de ladite charge présentant une granulométrie comprise entre 60 et 80 μm , la quantité en poids de résine par rapport à ladite charge étant comprise entre 5 et 20 %,

b) réalisation d'un mélange par malaxage dudit prémélange avec un durcisseur approprié,

c) mise en forme de la couche superficielle du moule par tamisage puis damage d'une première partie dudit mélange dans une mère de moule,

d) traitement de la surface lisse formée lors de l'étape c) afin de la rendre rugueuse,

e) mise en place sur la couche superficielle du moule et damage de la seconde partie dudit mélange pour compléter l'épaisseur de paroi du moule,

f) prédurcissement du moule à température ambiante pendant environ 24 heures,

g) démoulage et durcissement du moule par polymérisation suivant un cycle approprié de montée en température.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que préalablement à l'incorporation de la résine, il est réalisé une pré-imprégnation de la charge par un silane.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le silane est un époxy silane.

4. Procédé selon l'une des revendications 2 à 3, caractérisé en ce que le silane est dilué à 5 % dans un alcool.

5. Procédé selon l'une des revendications 2 à 4, caractérisé en ce que le pourcentage en poids de silane varie de 0,5 % à 1,5 % par rapport à la charge.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que ladite charge consiste en du corindon.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que ladite charge de corindon consiste en un mélange de corindon 150 Mesh et 220 Mesh dans un rapport en poids égal à 3/7.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que ladite charge présente le profil granulométrique suivant (pourcentage en poids) :

0	-	40 μm	0	-	0,3 %
40	-	63 μm	5	-	18 %
63	-	80 μm	40	-	80 %
80	-	100 μm	10	-	20 %
100	-	120 μm	0	-	8 %

9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que ladite quantité de résine est voisine de 7,5 % en poids de ladite charge.

10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'on utilise environ 28 % en poids de durcisseur par rapport à la quantité de résine.

11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10 caractérisé en ce que préalablement au démoulage, on réalise, dans le moule, des cheminées d'évacuation d'eau et d'introduction d'air par introduction de

tiges jusqu'à environ 20 mm de la surface de séparation du moule et de la mère de moule.

12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que lesdites cheminées sont également réparties sur la surface du moule.

5 13. Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que postérieurement au durcissement du moule par polymérisation, on répand sur la surface extérieure dudit moule un mélange de résine et de durcisseur que l'on polymérise.

14. Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que ladite résine consiste en une résine LW 561®.

10 15. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que ledit durcisseur consiste en un durcisseur HY 216®.

16. Moule obtenu pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 15, caractérisé en ce qu'il présente une porosité ouverte comprise entre 20 et 30 %.

15 17. Moule selon la revendication 16, caractérisé en ce que la face arrière, qui comporte des rainures de distribution d'air comprimé ou d'eau, est fixée sur une plaque métallique par vis autotaraudeuses.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65



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.4)
A	GB-A-1 120 607 (CIBA) * Page 2, lignes 80-85 * ---	1-17	B 28 B 1/26 B 29 C 33/38
A	DE-A-1 925 936 (KIRNER) * Page 7, ligne 22 - page 6, ligne 10 * ---		
A	US-A-3 929 685 (JUNG) * Colonne 5, ligne 59 - colonne 6, ligne 12 * ---		
A	AUFBEREITUNGSTECHNIK, vol. 24, no. 9, septembre 1983, pages 535-538, Wiesbaden, DE; O.J. BRÜDERLEIN: "Neue Siebkonstruktionen im Bereich der Unterwassersiebung" * Page 535, colonne 2, lignes 40-54 * ---		
A	BE-A- 441 652 (LANG) ---		
A	EP-A-0 194 757 (INAX) ---		
A	CH-A- 629 999 (EMS-INVENTA) ---		
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, vol. 11, no. 10 (M-552), 19 août 1986, page 50 M 552; & JP-A-61 186 145 (DENKI KAGAKU KOGYO K.K.) 19-08-1986 -----		B 28 B B 29 C B 07 B
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 12-05-1989	Examineur ROBERTS P.J.
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			