



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:  
**26.06.2002 Bulletin 2002/26**

(51) Int Cl.7: **C06D 5/06, C06B 29/22,  
C06B 21/00**

(21) Numéro de dépôt: **01403255.1**

(22) Date de dépôt: **14.12.2001**

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR**  
Etats d'extension désignés:  
**AL LT LV MK RO SI**

(71) Demandeur: **SNPE**  
**75181 Paris Cedex 04 (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **Charrette, Dimitri**  
**33700 Mérignac (FR)**  
• **Chounet, Georges**  
**33110 Le Bouscat (FR)**

(30) Priorité: **22.12.2000 FR 0016879**

(54) **Compositions pyrotechniques génératrices de gaz à liant hydrocarboné et procédé de fabrication en continu**

(57) L'invention concerne des compositions pyrotechniques génératrices de gaz ainsi qu'un procédé continu permettant de les mettre en oeuvre.

De telles compositions comprennent un liant hydrocarboné, un composé organique azoté et une charge oxydante comprenant du perchlorate d'ammonium et un capteur de chlore.

Le liant est constitué soit par l'association d'une gomme polyester et d'une résine polyester, soit par l'as-

sociation d'une gomme acrylique et d'un plastifiant de cette gomme.

Les solides (A) et les liquides (B) sont introduits dans le mélangeur-extrudeur bi-vis (1) par deux ouvertures d'alimentation différentes. Les constituants sont alors transportés et malaxés dans le compartiment (2) de manière à obtenir une pâte homogène. Cette pâte est ensuite dégazée dans le compartiment (3) puis extrudée sous forme de joncs (8). Ces joncs sont découpés en chargements (9).

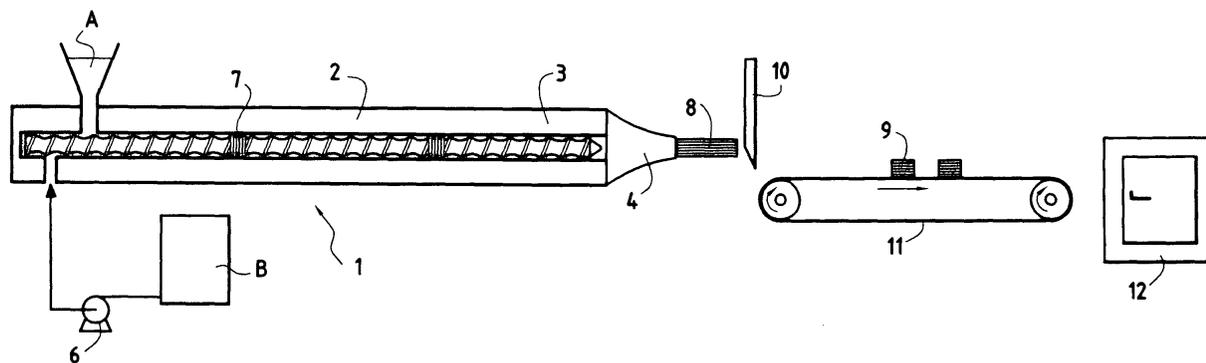


FIG.1

## Description

**[0001]** La présente invention se rapporte au domaine technique de la génération pyrotechnique de gaz utilisables notamment dans les systèmes de protection des occupants d'un véhicule automobile au moyen de coussins qui sont gonflés par les gaz de combustion d'un chargement pyrotechnique. Plus précisément l'invention concerne des compositions pyrotechniques générant à des températures acceptables pour la sécurité automobile des gaz propres et non toxiques. L'invention concerne également un procédé de fabrication en continu de telles compositions.

**[0002]** Pour différents besoins pyrotechniques et notamment pour assurer un gonflement correct des coussins de protection, les générateurs pyrotechniques de gaz doivent fournir en des temps extrêmement courts, de l'ordre de trente millisecondes, des gaz propres c'est-à-dire exempts de particules solides susceptibles de constituer des points chauds pouvant endommager la paroi du coussin, et non toxiques c'est-à-dire à faible teneurs en oxydes d'azote, en oxydes de carbone et en produits chlorés.

**[0003]** Diverses familles de compositions pyrotechniques ont été développées dans ce but.

Un première famille concerne les compositions à base d'azoture alcalin ou alcalino-terreux en présence d'un oxydant minéral comme le nitrate de potassium ou d'un oxyde métallique. Ces compositions qui peuvent le cas échéant comporter un liant présentent des inconvénients majeurs. D'une part elles produisent lors de leur combustion beaucoup de poussières qui doivent être filtrées par des systèmes de filtration relativement importants, ce qui augmente à la fois le poids et le prix du générateur. D'autre part les azotures sont des produits très toxiques qui présentent de surcroît la possibilité de former des azotures de plomb ou d'autres métaux lourds qui sont des explosifs primaires. Ces compositions sont donc difficiles à conserver dans de bonnes conditions pendant plusieurs années dans un véhicule automobile.

**[0004]** Une seconde famille concerne les compositions à base de nitrocellulose et de nitroglycérine. Ces compositions, encore connues sous l'appellation de « poudres à double base », sont très intéressantes car elles brûlent très vite et sans produire de poussière. Mais elles présentent toutefois l'inconvénient de ne pas être totalement stables dans le temps, et à haute température.

**[0005]** Une troisième famille concerne les compositions dites « composites » constituées fondamentalement par un liant organique et par une charge minérale oxydante comme notamment un perchlorate minéral. Ces compositions sont à priori très intéressantes car elles présentent une bonne vitesse de combustion et une excellente stabilité au vieillissement.

**[0006]** Il a ainsi été proposé par le brevet FR-A-2 137 619 ou par son correspondant US-A-3,723,205 des compositions dont le liant est un chlorure de polyvinyle

et dont la charge oxydante est un perchlorate d'ammonium en présence de nitrate de sodium comme capteur interne de chlore. Néanmoins l'emploi d'un liant chloré en présence de charges énergétiques est d'une mise en oeuvre délicate, notamment au plan de la sécurité et de la non toxicité des gaz générés.

**[0007]** Il a aussi été proposé des compositions composites constituées par un liant silicone réticulable à température ambiante, encore connu sous l'appellation de liant « RTV » (Room Temperature Vulcanizable), et de perchlorate de potassium, l'atome de potassium jouant le rôle de capteur interne de chlore. De telles compositions sont, par exemple, décrites dans les brevets FR-A-2 190 776 et FR-B-2 213 254 ou dans leurs correspondants américains US-A-3,986,908 et US-A-3,964,256. Ces compositions présentent cependant l'inconvénient de générer des gaz très riches en oxygène qui ne sont pas recherchés par les constructeurs de l'industrie automobile.

**[0008]** Il existe aussi des compositions composites constituées par un liant silicone et par un mélange de perchlorate d'ammonium et de nitrate de sodium. De telles compositions ne contiennent pas de solvant. Elles sont par exemple décrites dans le brevet français FR-A-2 728 562 ou dans son correspondant américain US-A-5 610 444. Ces compositions génèrent bien des gaz propres, riches en azote et non toxiques mais présentent l'inconvénient de brûler à des températures très élevées et de produire un taux de résidus solides élevé.

Les procédés de fabrication des compositions existantes impliquent la présence d'un solvant pour ajuster la viscosité. L'emploi d'un solvant présente de nombreux inconvénients et notamment au niveau industriel. Le solvant doit être éliminé de la composition et cette opération risque de créer des porosités dans le chargement pyrotechnique.

**[0009]** L'homme du métier est donc toujours à la recherche de compositions pyrotechniques génératrices de gaz, sans solvant, et qui génèrent à des températures acceptables pour l'industrie automobile des gaz propres, non toxiques, avec très peu de résidus solides. L'homme du métier est également à la recherche d'un procédé de fabrication continu de telles compositions, notamment sous forme de blocs.

**[0010]** L'objet de la présente invention est précisément de proposer de telles compositions ainsi qu'un procédé permettant de les mettre en oeuvre.

**[0011]** L'invention concerne donc une composition pyrotechnique génératrice de gaz comprenant un liant, un composé organique azoté, des additifs et une charge oxydante comprenant du perchlorate d'ammonium et un capteur de chlore, ledit liant étant un liant hydrocarboné à au moins deux composants, l'un des composants étant constitué par une gomme, caractérisée en ce que, lorsque la gomme est une gomme polyester, elle est associée à une résine polyester et en ce que, lorsque la gomme est une gomme acrylique, elle est associée à un de ses plastifiants.

On appelle gomme un polymère dont la masse moléculaire est supérieure à 200 000. Les gommes acryliques utilisées sont aussi appelées caoutchoucs acryliques ou polyacrylates. Ces gommes peuvent avoir des terminaisons réactives de type chlore/carboxyle, chlore, hydroxyl ou époxy.

Les gommes polyester utilisées sont des caoutchoucs avec des motifs ester et qui peuvent avoir des terminaisons réactives de type hydroxyl.

**[0012]** On appelle résine un polymère hydrocarboné dont la masse moléculaire est comprise entre 100 et 10 000.

**[0013]** Selon un premier mode préféré de réalisation, le liant est constitué par l'association d'une gomme acrylique et d'un de ses plastifiants. Le plastifiant de la gomme acrylique est choisi dans le groupe constitué par l'adipate de dioctyle et l'azélate de dioctyle.

Un réticulant sera généralement associé au liant.

**[0014]** Selon un deuxième mode préféré de réalisation, le liant est constitué par l'association d'une gomme polyester et d'une résine polyester. Selon ce mode préféré de réalisation, la composition comprend en outre un réticulant de type isocyanate.

**[0015]** Selon un troisième mode préféré de réalisation, le teneur pondérale des charges est supérieure ou égale à 85% du poids total de la composition. On entend par charges à la fois les charges oxydantes, les composés organiques azotés et les autres additifs.

**[0016]** La charge oxydante comprend du perchlorate d'ammonium et un capteur de chlore. Le capteur de chlore est choisi dans le groupe constitué par le nitrate de sodium, le carbonate de calcium, le carbonate de lithium, le nitrate de potassium, le nitrate de strontium, le nitrate de barium, le chlorate de potassium, le perchlorate de potassium et l'oxyde de cuivre.

Un capteur de chlore préféré est le nitrate de sodium.

**[0017]** La composition comprend également un composé organique azoté. Le composé organique azoté est choisi dans le groupe constitué par la nitroguanidine, le nitrate de guanidine, le nitrate d'aminoguanidine, l'oxamide, le dicyandiamide, le guanylurédinitramide et les cyanamides métalliques. Préférentiellement la teneur pondérale de ce composé azoté est comprise entre 3 et 15% du poids total de la composition.

**[0018]** Selon un quatrième mode préféré de réalisation, la composition comprend en outre un catalyseur balistique choisi dans le groupe constitué par l'oxyde de titane, l'oxyde de cuivre, le nitrate basique de cuivre, le chromite de cuivre et l'oxyde de fer. Le catalyseur balistique préféré est l'oxyde de fer. La teneur pondérale du catalyseur balistique est préférentiellement comprise entre 0% et 4% du poids total de la composition.

Il permet entre autre d'améliorer la vitesse de combustion.

**[0019]** Selon un cinquième mode préféré de réalisation, la composition comprend en outre un agent mouillant. Cet agent mouillant est choisi dans le groupe

constitué par les organo-silanes, les titanates et les aziridines. Les organo-silanes préférés sont les trialcylsilanes dont le groupe fonctionnel est un groupe vinyl, epoxy, amine ou métacrylique.

La teneur pondérale de l'agent mouillant est préférentiellement comprise entre 0,5% et 2% du poids total de la composition.

Ce composant permet de réduire la porosité résiduelle du produit.

**[0020]** Le catalyseur balistique et l'agent mouillant constituent les additifs préférés des compositions selon l'invention.

**[0021]** L'invention concerne également un procédé de fabrication continu et sans solvant dans un mélangeur-extrudeur bi-vis de telles compositions, caractérisé en ce que :

- le mélangeur-extrudeur bis-vis comprend un compartiment de mélange et de malaxage, un compartiment de compression et une tête d'extrusion, et en ce que,
- les constituants solides et liquides sont introduits dans le compartiment de mélange et de malaxage par deux ouvertures d'alimentation différentes, une ouverture d'alimentation des solides et une ouverture d'alimentation des liquides, et en ce qu'ils sont, dans ce compartiment, transportés et malaxés, puis, en ce que,
- la pâte homogène ainsi formée est dégazée dans le compartiment de compression puis extrudée, à l'aide d'une tête d'extrusion sous forme de joncs, et enfin en ce que,
- les joncs ainsi formés sont découpés en chargements à l'aide d'un appareil de découpe, et en ce que ces dits chargements sont mis à réticuler à une température comprise entre 100°C et 150°C.

**[0022]** Selon une variante préférée de l'invention, le composé organique azoté et la gomme sont prémélangés et introduits dans le compartiment de mélange et de malaxage par l'ouverture d'alimentation des solides.

**[0023]** Selon une autre variante préférée de l'invention, la pression du compartiment de compression est inférieure à  $50 \cdot 10^3$  Pa, soit 500 mbar.

**[0024]** La température du compartiment de mélange et de malaxage est comprise entre 15°C et 75°C.

**[0025]** La pression dans la tête d'extrusion est comprise entre  $6 \cdot 10^6$  Pa et  $15 \cdot 10^6$  Pa, soit entre 60 bars et 150 bars.

**[0026]** L'originalité fondamentale de l'invention réside dans le fait que le liant hydrocarboné comprend d'une part une gomme et d'autre part un constituant liquide qui est soit une résine, soit un plastifiant. On obtient donc un liant pâteux. Quand on incorpore à ce liant la charge oxydante, le composé organique azoté et les divers additifs, ce liant a suffisamment de tenue pour être extrudé sous forme de joncs. Il n'y a donc besoin ni d'agent épaississant, ni de solvant.

Les joncs sont ensuite découpés en chargements et la structure du liant est définitivement figée par réticulation en étuve à une température comprise entre 100°C et 150°C.

**[0027]** On donne maintenant une description détaillée du mode préféré de réalisation de l'invention en se référant à la figure 1 qui représente, sous forme de schéma partiellement coupé, une installation permettant la mise en oeuvre du procédé selon l'invention.

**[0028]** L'extrudeur-malaxeur bis-vis 1 comprend une partie amont 2 dans laquelle se situent les opérations de mélange et de malaxage de la composition, une partie aval 3 dans laquelle a lieu l'opération de dégazage de la composition et une tête d'extrusion 4.

En cours de fonctionnement, il se forme un bouchon de matière qui sépare la partie aval 2 de la partie amont 3.

Dans la suite de la présente description, on appellera la partie amont 2 « compartiment de mélange et de malaxage » et la partie aval 3 « compartiment de compression ».

**[0029]** La gomme et le composé organique azoté sont prémélangés.

**[0030]** Préférentiellement la gomme sera une gomme acrylique et le composé azoté sera du nitrate de guanidine.

**[0031]** En phase de démarrage, on introduit d'abord les constituants inertes, à savoir le plastifiant et les divers additifs. On introduit ensuite les charges oxydantes et le mélange gomme/composé organique azoté. Une fois la phase de démarrage terminée, les divers constituants sont introduits en continu dans le compartiment de mélange et de malaxage. Les solides A sont introduits sans solvant au moyen d'une trémie. Les liquides B sont introduits sans solvant au moyen d'une pompe doseuse 6. Les liquides B sont constitués par le plastifiant et l'agent mouillant. Les solides A sont le mélange gomme acrylique/nitrate de guanidine, la charge oxydante comprenant du perchlorate d'ammonium et les additifs autres que l'agent mouillant.

On utilise des particules de perchlorate d'ammonium de deux granulométries différentes. La granulométrie est comprise entre 10µm et 50µm.

Le perchlorate d'ammonium produisant par combustion des dérivés chlorés, il lui est adjoind un capteur de chlore. Le capteur de chlore préféré dans le cadre de l'invention est le nitrate de sodium qui fixe le chlore sous forme de chlorure de sodium de taille submicronique, donc sans risque de détérioration des parois du coussin gonflable.

Le nitrate de sodium sera également introduit par l'ouverture d'alimentation des solides A. Le ratio entre le perchlorate d'ammonium et le nitrate de sodium est compris entre 1 et 2.

Le taux de charges oxydantes est préférentiellement d'environ 80% du poids total de la composition, pour avoir une composition assez équilibrée en balance en oxygène.

**[0032]** La teneur pondérale des charges (c'est-à-dire charge oxydante, composé organique azoté et additifs) est supérieure ou égale à 85% du poids total de la composition. Ce sont donc des compositions à liant fortement chargé. La teneur de la composition en liant et réticulant sera avantageusement voisine de 15%.

Les additifs préférés sont l'agent mouillant et le catalyseur balistique. Le catalyseur balistique préféré est l'oxyde de fer.

Les constituants sont transportés et malaxés dans le compartiment de mélange et de malaxage 2. Les constituants sont malaxés au moyen des éléments de malaxage 7 de manière à former une pâte homogène. La température au sein de ce compartiment est comprise entre 15°C et 75°C.

**[0033]** La pâte formée dans le compartiment de mélange et de malaxage 2 est ensuite dégazée dans le compartiment de compression 3, sous une pression inférieure à 30.10<sup>3</sup>Pa, soit 300 mbar.

Cette pâte est ensuite extrudée, au moyen d'une tête d'extrusion 4, sous forme de joncs 8. La pression dans la tête d'extrusion est de préférence voisine de 100 bars.

Ces joncs sont alors découpés en chargements 9 à l'aide d'un appareil de découpe 10. Ces chargements 9 sont récupérés par un tapis transporteur 11 et acheminés vers une étuve 12. Cette étuve 12 est chauffée à une température comprise entre 100 et 150°C. De préférence, cette étuve est chauffée à 120°C. Les chargements restent 3 heures environ dans cette étuve de manière à achever la réticulation des constituants du liant et à figer ainsi la structure des chargements 9.

**[0034]** De façon particulièrement préférée les chargements 9 ont la forme de blocs cylindriques creux présentant le plus souvent des canaux axiaux.

Les chargements ainsi formés trouvent leur application préférentielle comme chargement pyrotechnique dans les générateurs de gaz destinés à gonfler un coussin de protection pour occupants d'un véhicule automobile. En effet, la vitesse de combustion de ces chargements, ainsi que le taux de résidus solides produits et le taux de monoxyde de carbone et d'oxydes d'azote produits conviennent particulièrement bien aux exigences de la sécurité automobile.

Les exemples qui suivent illustrent, à titre non limitatif, certaines possibilités de mise en oeuvre de l'invention.

### **Exemple 1**

**[0035]** On a fabriqué selon le procédé représenté à la figure 1 la composition génératrice de gaz suivante :

- gomme acrylique : 5,5% du poids total de la composition
- plastifiant (adipate de dioctyle ou azélate de dioctyle) : 6,5% du poids total de la composition.

**[0036]** La teneur en liant est donc de 12% du poids total de la composition.

- perchlorate d'ammonium bigranulométrique n'exédant pas 50 $\mu$ m : 60,5% en poids, le perchlorate fin étant en excès pondéral par rapport au perchlorate de plus grosse granulométrie. 5
- nitrate de sodium : 20% en poids

**[0037]** La teneur en charges oxydantes est de 80,5% en poids. 10

- nitrate de guanidine : 5% en poids
- oxyde de fer : 1,5% en poids
- agent mouillant (vinyl silane) : 1% en poids 15

**[0038]** La teneur pondérale des charges est de 88%. La température de combustion de cette composition est de l'ordre de 2400°C.

La vitesse de combustion est de 33mm/s sous 20 Mpa. 20

Les caractéristiques des gaz de combustion de 18g d'une telle composition sont les suivantes :

- teneur globale des gaz en résidus solides à la température de combustion : 15,5% 25
- teneur des gaz en monoxyde de carbone, pour un volume de 60 L : 4500 ppm
- teneur des gaz en oxydes d'azote, pour un volume de 60 L : 1000 ppm. 30

### Exemple 2

**[0039]** On a fabriqué selon le procédé représenté à la figure 1 la composition génératrice de gaz suivante : 35

- gomme acrylique : 6,6% du poids total de la composition
- plastifiant (adipate de dioctyle ou azélate de dioctyle) : 5,5% du poids total de la composition. 40

La teneur en liant est donc de 12,1 % du poids total de la composition

- perchlorate d'ammonium bigranulométrique n'exédant pas 50 $\mu$ m : 58,5% en poids, le perchlorate de plus grosse granulométrie étant en excès par rapport au perchlorate fin. 45
- nitrate de sodium : 15,9% en poids
- nitrate basique de cuivre : 6,5% en poids.

La teneur en charges oxydantes est de 80,9% en poids 50

- agent mouillant (vinyl silane) : 1% en poids
- nitrate de guanidine : 6% en poids

**[0040]** La teneur pondérale des charges est de 87,9%

**[0041]** La température de combustion de cette composition est de l'ordre de 2400°C . 55

La vitesse de combustion est de 43mm/s sous 20 Mpa.

Les caractéristiques des gaz de combustion de 18g d'une telle composition sont les suivantes :

- teneur globale des gaz en résidus solides à la température de combustion : 14,6%
- teneur des gaz en monoxyde de carbone, pour un volume de 60L : 4500ppm
- teneur des gaz en oxydes d'azote, pour un volume de 60L : 1000ppm.

### Exemple 3

**[0042]** On a fabriqué selon le procédé représenté à la figure 1 la composition génératrice de gaz suivante :

- gomme polyester : 3,46% en poids
- résine polyester : 8,76% en poids
- agent réticulant (méthylène dicyclohexyl diisocyanate) : 2,78% en poids

**[0043]** La teneur en liant et en réticulant est donc de 15% en poids

- perchlorate d'ammonium bigranulométrique n'exédant pas 50  $\mu$ m : 54% en poids, le perchlorate de plus grosse granulométrie étant en excès par rapport au perchlorate fin
- nitrate de sodium : 15,5% en poids
- oxyde de cuivre : 7% en poids

**[0044]** La teneur en charges oxydantes est de 76,5% en poids

- nitrate de guanidine : 8,5% en poids

**[0045]** La teneur pondérale des charges est de 85%.

**[0046]** La température de combustion de cette composition est de l'ordre de 2400°C.

La vitesse de combustion est de 20mm/s sous 20Mpa.

Les caractéristiques des gaz de combustion de 18g d'une telle composition sont les suivantes :

- teneur globale des gaz en résidus solides à la température de combustion : 16,3%
- teneur des gaz en monoxyde de carbone, pour un volume de 60L : 4500ppm
- teneur des gaz en oxydes d'azote, pour un volume de 60L : 800ppm.

### **Revendications**

1. Composition pyrotechnique génératrice de gaz comprenant un liant, un composé organique azoté, des additifs et une charge oxydante comprenant du perchlorate d'ammonium et un capteur de chlore, ledit liant étant un liant hydrocarboné à au moins

- deux composants, l'un des composants étant constitué par une gomme, **caractérisée en ce que**, lorsque la gomme est une gomme polyester, elle est associée à une résine polyester et **en ce que**, lorsque la gomme est une gomme acrylique, elle est associée à un de ses plastifiants. 5
2. Composition selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** le plastifiant de la gomme acrylique est choisi dans le groupe constitué par l'adipate de dioctyle et l'azélate de dioctyle. 10
3. Composition selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** lorsque le liant est constitué par l'association d'une gomme polyester et d'une résine polyester, la composition comprend en outre un réticulant de type isocyanate. 15
4. Composition selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** la teneur pondérale des charges constituées par le composé organique azoté, les additifs et la charge oxydante, est supérieure ou égale à 85% du poids total de la composition. 20
5. Composition selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** ledit capteur de chlore est choisi dans le groupe constitué par le nitrate de sodium, le carbonate de calcium, le carbonate de lithium, le nitrate de potassium, le nitrate de strontium, le nitrate de barium, le chlorate de potassium, le perchlorate de potassium et l'oxyde de cuivre. 25
6. Composition selon la revendication 5, **caractérisée en ce que** le capteur de chlore est le nitrate de sodium. 30
7. Composition selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** ledit composé organique azoté est choisi dans le groupe constitué par la nitroguanidine, le nitrate de guanidine, le nitrate d'aminoguanidine, l'oxamide, le dicyandiamide, le guanyluréedinitramide et les cyanamides métalliques. 35
8. Composition selon la revendication 1 **caractérisée en ce qu'**elle comprend en outre un catalyseur ballistique choisi dans le groupe constitué par l'oxyde de titane, l'oxyde de cuivre, le nitrate basique de cuivre, le chromite de cuivre et l'oxyde de fer. 40
9. Composition selon la revendication 1 **caractérisée en ce qu'**elle comprend en outre un agent mouillant choisi dans le groupe constitué par les organo-silanes, les titanates et les aziridines. 45
10. Procédé de fabrication en continu, sans solvant, dans un mélangeur-extrudeur bi-vis (1) de compositions pyrotechniques selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 **caractérisé en ce que** :
- le mélangeur-extrudeur bi-vis (1) comprend un compartiment de mélange et de malaxage (2), un compartiment de compression (3) et une tête d'extrusion (4), et **en ce que**
  - les constituants solides (A) et liquides (B) sont introduits dans le compartiment de mélange et de malaxage (2) par deux ouvertures d'alimentation différentes, une ouverture d'alimentation des solides et une ouverture d'alimentation des liquides, **en ce qu'**ils sont, dans ce compartiment, transportés et malaxés, puis, **en ce que**,
  - la pâte homogène ainsi formée est dégazée dans le compartiment de compression (3) puis extrudée, à l'aide d'une tête d'extrusion (4) sous forme de joncs (8), et enfin **en ce que**,
  - les joncs ainsi formés (8) sont découpés en chargements (9), à l'aide d'un appareil de découpe (10), et **en ce que** ces dits chargements (9) sont mis à réticuler à une température comprise entre 100°C et 150°C.
11. Procédé selon la revendication 10, **caractérisé en ce que** le composé organique azoté et la gomme sont prémélangés et introduits dans le compartiment de mélange et de malaxage (2) par l'ouverture d'alimentation des solides.
12. Procédé selon la revendication 10, **caractérisé en ce que** la pression du compartiment de compression (3) est inférieure à  $50 \cdot 10^3 \text{Pa}$ .
13. Procédé selon la revendication 10, **caractérisé en ce que** la température du compartiment de mélange et de malaxage (2) est comprise entre 15°C et 75°C.
14. Procédé selon la revendication 10, **caractérisé en ce que** la pression dans la tête d'extrusion (4) est comprise entre  $6 \cdot 10^6 \text{Pa}$  et  $15 \cdot 10^6 \text{Pa}$ .

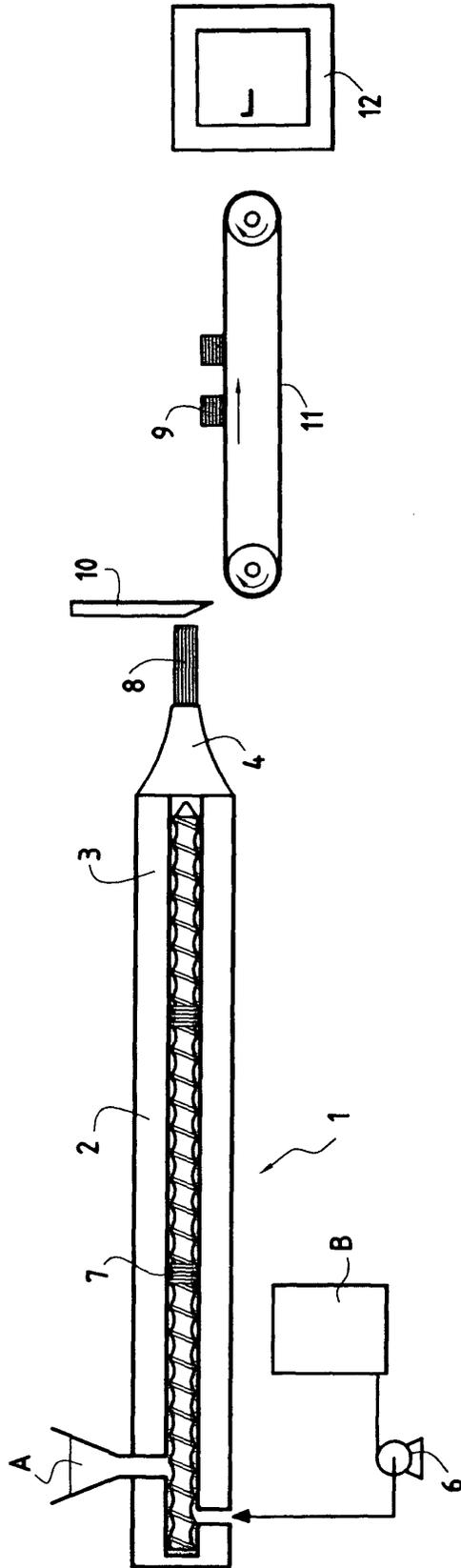


FIG.1