



**HAL**  
open science

## Procédé de fabrication d'un matériau solide à partir d'une plante oléagineuse et matériau solide obtenu

Philippe Evon, Luc Rigal, Pierre-Yves P.-Y. Pontalier, Virginie Vandebossche

### ► To cite this version:

Philippe Evon, Luc Rigal, Pierre-Yves P.-Y. Pontalier, Virginie Vandebossche. Procédé de fabrication d'un matériau solide à partir d'une plante oléagineuse et matériau solide obtenu. N° de brevet: 2967689. 2010, 42 p. hal-02810102

**HAL Id: hal-02810102**

**<https://hal.inrae.fr/hal-02810102>**

Submitted on 6 Jun 2020

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**2 967 689**

②1 N° d'enregistrement national : **10 04554**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **C 11 B 1/08 (2012.01)**

⑫

**DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

**A1**

②2 Date de dépôt : 23.11.10.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la demande : 25.05.12 Bulletin 12/21.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE Etablissement public — FR.

⑦2 Inventeur(s) : EVON PHILIPPE, RIGAL LUC, PONTALIER PIERRE YVES et VANDENBOSSCHE VIRGINIE.

⑦3 Titulaire(s) : INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE Etablissement public.

⑦4 Mandataire(s) : CABINET BARRE LAFORGUE ET ASSOCIES.

⑤4 PROCÉDE DE FABRICATION D'UN MATERIAU SOLIDE A PARTIR D'UNE PLANTE OLEAGINEUSE ET MATERIAU SOLIDE OBTENU.

⑤7 L'invention concerne un procédé de fabrication d'un matériau solide à partir d'une composition de plante oléagineuse, dans lequel:

- on soumet d'abord ladite composition de plante oléagineuse à un traitement, dit traitement thermo-mécano-chimique, dans lequel on réalise une trituration de ladite composition de plante oléagineuse dans l'eau de façon à former:

o une composition liquide comprenant une émulsion stable d'au moins

un corps gras de la composition de plante oléagineuse dans l'eau, et; o un solide, dit tourteau de plante oléagineuse, présentant une teneur en corps gras inférieure à celle de la composition de plante oléagineuse, puis;

- on soumet le tourteau de plante oléagineuse à une étape de thermo-compression à une température et à une pression prédéterminées;

caractérisé en ce qu'on maintient la pression prédéterminée et la température prédéterminée pendant une durée supérieure à 1 min et inférieure à 10 min de façon à former le matériau solide.

**FR 2 967 689 - A1**



## PROCÉDÉ DE FABRICATION D'UN MATÉRIAU SOLIDE À PARTIR D'UNE PLANTE OLÉAGINEUSE ET MATÉRIAU SOLIDE OBTENU

L'invention concerne un procédé de fabrication d'un matériau  
5 solide à partir d'une plante oléagineuse -notamment exclusivement à partir d'une  
plante oléagineuse-, un matériau solide constitué d'une matière d'origine végétale  
qui soit recyclable, biodégradable et qui présente des propriétés mécaniques et de  
durabilité -notamment de résistance à l'eau- améliorées. L'invention concerne aussi  
l'utilisation d'un tel matériau solide pour la fabrication d'objets manufacturés  
10 recyclables et biodégradables.

Un tel procédé trouve ses applications dans le domaine de la  
transformation et de la valorisation de la biomasse végétale -notamment des  
ressources agricoles oléagineuses- pour la fabrication de matériaux de structure qui  
soient recyclables, biodégradables et qui ne nécessitent pas, pour leur fabrication,  
15 l'utilisation de composés issus de la chimie de synthèse -en particulier de composés  
d'origine fossile-.

On connaît déjà un procédé de traitement d'une plante  
oléagineuse dans lequel on place une plante oléagineuse en présence d'eau dans un  
dispositif d'extrusion du type « bi-vis » de façon à soumettre ladite plante  
20 oléagineuse à un traitement de trituration dans l'eau et à former un tourteau d'une  
matière végétale de teneur en huile réduite. Un tel procédé décrit dans Evon et al.  
"Advanced in Material research, (2010), 112, 63-72 ; *Thermo-mechanical behavior  
of the raffinate resulting from the aqueous extraction of sunflower whole plant in  
twin-screw extruder: manufacturing of biodegradable agromaterials by thermo-*  
25 *pressing*" ne permet pas d'obtenir un matériau solide constitué de composés  
d'origine végétale et présentant des propriétés mécaniques et de durabilité  
-notamment de résistance à l'eau- améliorées.

On connaît aussi de EP 0 997 513, un procédé de traitement  
d'une matière végétale et de fabrication d'une colle végétale dans lequel on traite un  
30 tourteau de tournesol comprenant moins de 20% d'huile avec une solution alcaline  
de pH sensiblement compris entre 11 et 13,5 dans un extrudeur bi-vis à une

température comprise entre 30°C et 80°C, puis on sépare la phase liquide de la phase solide, on ajuste le pH de la phase liquide à une valeur comprise entre 4,5 et 5,5 de façon à former un précipité qui est éliminé de la phase liquide formant la colle. EP 0 997 513 ne décrit pas un procédé de fabrication d'un matériau solide.

5 L'invention vise à pallier les inconvénients précédemment évoqués en proposant un procédé de fabrication d'un matériau solide à partir d'une plante oléagineuse et d'eau.

L'invention vise en particulier à proposer un tel procédé de fabrication d'un matériau solide dans lequel on valorise une matière végétale  
10 formée de tout ou partie d'une plante oléagineuse -notamment d'une plante oléagineuse entière-.

L'invention vise préférentiellement à proposer un procédé de valorisation d'une matière végétale formée des parties aériennes d'une plante oléagineuse.

15 L'invention vise en particulier un tel procédé de traitement d'une plante oléagineuse entière permettant une valorisation de l'ensemble des constituants de ladite plante oléagineuse entière (et pas uniquement des constituants de la graine), c'est-à-dire -dans le cas du tournesol par exemple- des lipides (en particulier, de l'amande), des protéines (en particulier, de l'amande), des pectines  
20 (en particulier, de la moelle de la tige et du capitule), des fibres ligno-cellulosiques (de l'écorce de la tige), des hydrates de carbone -notamment de la cellulose- de la plante oléagineuse entière.

L'invention vise à proposer un tel procédé de traitement d'une plante oléagineuse et de fabrication d'un matériau solide présentant des propriétés  
25 de résistance mécanique et de durabilité -notamment de résistance à l'eau- améliorées par rapport aux agro-matériaux de l'état de la technique.

L'invention vise aussi un tel procédé adapté pour permettre un fractionnement thermo-mécano-chimique de la plante oléagineuse en une seule étape et, de façon continue dans un même dispositif, le broyage, l'extraction  
30 liquide/solide et la séparation liquide/solide.

L'invention vise aussi un tel procédé de traitement d'une

plante oléagineuse et de fabrication d'un matériau solide qui respecte l'environnement et dans lequel on n'utilise pas de solvant toxique -notamment d'hexane- usuellement utilisé comme solvant d'extraction des lipides des graines de plantes oléagineuses.

5 L'invention vise aussi un tel procédé dans lequel l'étape d'extraction liquide/solide est réalisée à basse température et qui est donc énergétiquement plus économique et respectueux de l'environnement que les procédés d'extraction à l'hexane et à haute température.

10 L'invention vise à proposer un tel procédé adapté pour permettre l'extraction d'une proportion de 70% à 90% de l'huile d'une matière végétale obtenue à partir de tout ou partie d'une plante oléagineuse -notamment d'une plante oléagineuse entière-.

15 L'invention vise également à proposer un tel procédé adapté pour permettre la fabrication d'un matériau solide à partir d'au moins une matière végétale et qui ne nécessite pas l'adjonction de composé thermoplastique et/ou thermodurcissable d'origine fossile -notamment pétrolière- non renouvelable.

Un autre objectif de l'invention est de fournir un tel matériau solide qui soit biodégradable -c'est-à-dire qui ne génère pas, lors de sa destruction par voie biologique, de composés inertes non valorisables- et/ou recyclable.

20 L'invention vise également à atteindre tous ces objectifs à moindre coût, en proposant un procédé susceptible d'être mis en œuvre avec des dispositifs connus de l'homme du métier.

25 L'invention vise également et plus particulièrement à proposer un tel procédé qui soit compatible avec les contraintes de sécurité, de respect de l'environnement et de rentabilité.

L'invention vise de surcroît à proposer une telle solution qui préserve les habitudes de travail des personnels, soit facile à utiliser, et n'implique pour sa mise en œuvre que peu de manipulations.

30 Pour ce faire, l'invention concerne un procédé de fabrication d'un matériau solide à partir d'une composition de plante oléagineuse, dans lequel :

- on soumet d'abord ladite composition de plante oléagineuse

à un traitement, dit traitement thermo-mécano-chimique, dans lequel on réalise une trituration de ladite composition de plante oléagineuse dans l'eau de façon à former :

- une composition liquide comprenant une émulsion stable d'au moins un corps gras -notamment d'un triglycéride- de la composition de plante oléagineuse dans l'eau, et ;
- un solide, dit tourteau de plante oléagineuse, présentant une teneur en corps gras inférieure à celle de la composition de plante oléagineuse, puis ;

– on soumet le tourteau de plante oléagineuse à une étape de thermo-compression à une température et à une pression prédéterminées ;

caractérisé en ce qu'on maintient la pression prédéterminée et la température prédéterminée pendant une durée supérieure à 1 min et inférieure à 10 min -notamment comprise entre 2,5 min et 5 min, particulièrement comprise entre 3 min et 4 min- de façon à former le matériau solide.

Dans tout le texte, on entend par :

– « plante oléagineuse » toute matière végétale susceptible d'exprimer une composition de corps gras, en particulier une composition d'huile -notamment une composition de triglycérides- lors d'un traitement -notamment par écrasement- d'au moins l'une des parties -dite partie oléagineuse- de ladite plante oléagineuse. En particulier, on entend par plante oléagineuse toute matière végétale contenant une faible quantité d'huile et qui n'est pas traditionnellement utilisée pour cette production d'huile ;

– « extrudeur bi-vis » un dispositif de traitement thermo-mécano-chimique d'une partie oléagineuse d'une plante oléagineuse, ledit dispositif comprenant deux vis co-pénétrantes à pas direct ou à pas inversé entraînées en rotation en synchronisme à l'intérieur d'une enceinte tubulaire ;

– « teneur en humidité » d'un matériau solide selon l'invention, le rapport multiplié par 100 entre la masse d'eau contenue dans le matériau solide et la masse totale dudit matériau solide selon l'invention. En pratique, on détermine la teneur en humidité d'un matériau solide en réalisant successivement une pesée d'une quantité dudit matériau solide à l'équilibre dans l'air

atmosphérique à la pression et à la température ambiante puis une pesée de cette quantité de matériau solide préalablement soumise à un traitement de séchage à une température de l'ordre de 103°C pendant une durée nécessaire pour obtenir une masse sensiblement constante du matériau solide.

5 Dans un procédé selon l'invention, la composition de plante oléagineuse comprend au moins une partie oléagineuse d'une plante oléagineuse. Dans un tel procédé selon l'invention, la(les) partie(s) oléagineuse(s) de la plante oléagineuse est(sont) formée(s) des organes de la plante oléagineuse dans lesquels s'accumulent les corps gras de la composition de corps gras. En particulier, il peut  
10 s'agir des parties aériennes de la plante oléagineuse, n'incluant donc pas les racines de ladite plante oléagineuse. Il est aussi possible que la composition de plante oléagineuse soit formée à partir d'une pluralité de plantes oléagineuses.

Dans un procédé selon l'invention, il est aussi possible que la composition de plante oléagineuse soit formée d'une espèce unique de plante  
15 oléagineuse et d'au moins une espèce de plante non-oléagineuse.

L'invention consiste donc à choisir et à récolter une composition de plante oléagineuse -notamment les parties aériennes de plante oléagineuse- puis à appliquer à cette composition de plante oléagineuse un traitement thermo-mécano-chimique adapté pour soumettre ladite composition de  
20 plante oléagineuse simultanément à une action par voie chimique -notamment une action de l'eau, en particulier par solvatation des protéines-, une action par voie thermique et une action par voie mécanique de façon à former un tourteau, dit tourteau de plante oléagineuse, de ladite composition de plante oléagineuse. On soumet ensuite ledit tourteau de plante oléagineuse -notamment le tourteau de  
25 plante oléagineuse sensiblement débarrassé de la composition liquide comprenant l'émulsion stable- à un traitement de thermo-pressage ou un traitement de thermo-moulage pendant une durée limitée.

Les inventeurs ont constaté que l'application d'un tel traitement de thermo-pressage ou de thermo-moulage pendant une durée comprise  
30 entre 1 min et 10 min permet l'obtention d'un matériau solide de propriétés mécaniques et de durabilité -notamment de résistance à l'eau- améliorées alors

qu'une durée de thermo-pressage ou de thermo-moulage supérieure à 10 min d'un tourteau de plante oléagineuse conduit à une dégradation des propriétés mécaniques du matériau solide obtenu. Cette dégradation des propriétés mécaniques proviendrait d'une réorganisation du matériau formant des strates longitudinales dans l'épaisseur du matériau et conduisant à une diminution de la résistance en rupture du matériau.

Avantageusement et selon l'invention, pour le traitement thermo-mécano-chimique ;

- on ajoute une quantité d'eau à ladite composition de plante oléagineuse, puis ;
- on chauffe ladite composition de plante oléagineuse à une température inférieure à 100°C -notamment comprise entre 50°C et 100°C, en particulier comprise entre 60°C et 80°C, préférentiellement de l'ordre de 80°C-, puis ;
- on réalise une extrusion de ladite composition de plante oléagineuse.

Avantageusement et selon l'invention, on réalise le traitement thermo-mécano-chimique de la composition de plante oléagineuse en continu dans un extrudeur bi-vis.

Dans un procédé selon l'invention, on soumet la composition de plante oléagineuse à un traitement thermo-mécano-chimique dans lequel on soumet ladite composition de plante oléagineuse à une contrainte mécanique -notamment par les deux vis co-pénétrantes d'un extrudeur bi-vis- à une température supérieure à la température ambiante. En variante, le traitement de la composition de plante oléagineuse peut être un traitement thermo-mécano-chimique dans lequel on soumet ladite composition de plante oléagineuse -c'est-à-dire une matière oléagineuse d'origine végétale- à une contrainte mécanique, à une contrainte chimique -en particulier dans l'eau- et à une contrainte thermique à une température supérieure à la température ambiante.

En particulier, les inventeurs ont observé qu'un tel traitement thermo-mécano-chimique en extrudeur bi-vis permet de produire un tourteau de plante oléagineuse, qui est exempt de liquide solvant du type hexane, et qui est



formé d'un matériau fibreux et d'un liant -notamment d'un liant protéique produit lors du traitement thermo-mécano-chimique- adapté pour assurer la cohésion du matériau solide obtenu.

Avantageusement et selon l'invention, on réalise une  
5 séparation liquide/solide de la composition liquide comprenant l'émulsion stable et du tourteau de plante oléagineuse.

Avantageusement, on réalise l'étape de séparation  
liquide/solide à l'issue du traitement thermo-mécano-chimique. Cependant, il est  
aussi possible de procéder à l'étape de séparation liquide/solide en continu lors du  
10 traitement thermo-mécano-chimique en extrudeur bi-vis.

Avantageusement et selon l'invention, lors de l'étape de  
thermo-compression :

- on place ledit tourteau de plante oléagineuse entre deux organes complémentaires de pressage d'une presse -notamment d'une presse hydraulique-, lesdits organes étant portés à la température prédéterminée, et ;
- 15 - on comprime et on met en forme ledit tourteau de plante oléagineuse entre les deux organes complémentaires de pressage de la presse à la pression prédéterminée.

Avantageusement et selon l'invention, la pression  
20 prédéterminée est comprise entre 50 kgf/cm<sup>2</sup> et 350 kgf/cm<sup>2</sup>, notamment entre 100 kgf/cm<sup>2</sup> et 350 kgf/cm<sup>2</sup>, en particulier entre 280 kgf/cm<sup>2</sup> et 350 kgf/cm<sup>2</sup>.

Avantageusement et selon l'invention, la température  
prédéterminée est comprise entre 150°C et 200°C -notamment entre 180°C et  
200°C-, préférentiellement de l'ordre de 200°C.

Avantageusement et selon l'invention, on choisit la  
composition de plante oléagineuse dans le groupe formé des compositions de plante  
oléagineuse présentant un rapport entre le poids des graines et le poids hors graines  
de la composition de plante oléagineuse -notamment le poids cumulé des tiges, des  
feuilles et des capitules qui sont riches en fibres-, de valeur comprise entre 0,75 et  
30 1,25.

Avantageusement et selon l'invention, on choisit la plante

oléagineuse dans le groupe formé du tournesol, du colza, du lin, du soja, du margousier (*Azadirachta indica*) -en particulier des graines du margousier dénommé aussi « neem »-, du jatropha, du ricin, du pastel et de leurs mélanges.

Avantageusement et selon l'invention, l'émulsion stable de la composition liquide obtenue à l'issue du traitement thermo-mécano-chimique comprend sensiblement de l'ordre de 50% en masse du corps gras de la composition de plante oléagineuse.

Avantageusement et selon l'invention, l'émulsion stable de la composition liquide est formée de gouttelettes du(des) corps gras dans l'eau, lesdites gouttelettes du(des) corps gras présentant un diamètre moyen inférieur à 5 µm -notamment sensiblement de l'ordre de 1,5 µm-.

Avantageusement et selon l'invention, préalablement au traitement thermo-mécano-chimique, on soumet la composition de plante oléagineuse à un broyage mécanique adapté pour à réduire la granulométrie de ladite composition de plante oléagineuse.

Avantageusement, la composition de plante oléagineuse comprend une quantité de paille -notamment de la paille de blé-. Dans cette variante le rapport entre le poids des graines et le poids hors graines de la composition de plante oléagineuse -notamment le poids cumulé des tiges, des feuilles, des capitules qui sont riches en fibres et de la paille de blé-, présente une valeur comprise entre 0,75 et 1,25.

Avantageusement, la teneur en corps gras du tourteau de plante oléagineuse -exprimée en pourcentage massique du corps gras par rapport à la masse totale du tourteau de plante oléagineuse- est inférieure à 25%, notamment comprise entre 13% et 21%, en particulier comprise entre 14% et 18%.

Avantageusement, un procédé selon l'invention est adapté pour permettre le traitement d'une composition de plante oléagineuse -notamment de plante oléagineuse entière- et sa transformation en :

- un matériau solide présentant :

o une masse volumique supérieure à 0,9 kg/ℓ, notamment comprise entre 0,9 kg/ℓ et 1,2 kg/ℓ, en particulier de l'ordre de 1,0 kg/ℓ et ;

- une valeur de résistance à la rupture en flexion supérieure à 14,4 MPa -mesurée selon la norme NF EN 310 après conditionnement du matériau solide dans une enceinte climatique à la température de 25°C et sous une humidité relative de l'ordre de 52,5% de façon que sa
- 5 teneur en humidité soit comprise entre 4,5% et 5,5%-;

- une émulsion stable du(des) corps gras -notamment de triglycéride- de la composition de plante oléagineuse dans l'eau ;

- une composition, dite composition protéique et pectique, liquide hydrophile essentiellement protéique.

10                   Avantageusement et selon l'invention, on réalise un traitement de surface du matériau solide dans lequel on enduit au moins une partie de surface du matériau solide avec une quantité de l'émulsion stable.

                    Avantageusement, l'invention concerne un tel procédé de fabrication d'un matériau solide dans lequel on valorise le tourteau de plante oléagineuse que l'on transforme en matériau solide selon l'invention et dans lequel

15 on réalise un traitement de surface dudit matériau solide dans lequel on enduit au moins une partie de surface du matériau solide avec une quantité de l'émulsion stable.

                    Avantageusement et selon l'invention, on réalise un traitement

20 de surface du matériau solide dans lequel on enduit au moins une partie de surface du matériau solide avec une quantité du(des) corps gras de l'émulsion stable.

                    En variante, avantageusement et selon l'invention, on réalise une démixtion de ladite émulsion stable du (des) corps gras de la composition de plante oléagineuse dans l'eau, adaptée pour séparer le(s)dit corps gras et une

25 composition aqueuse comprenant l'eau de ladite émulsion stable et on traite le matériau solide avec une quantité dudit corps gras.

                    Un tel traitement de surface du matériau solide avec une quantité de l'émulsion stable et/ou du(des) corps gras est en particulier adapté pour améliorer l'imperméabilité du matériau solide vis-à-vis des solvants polaires

30 -notamment vis-à-vis de l'eau- .

                    Avantageusement, on utilise, pour le traitement de surface du

matériau solide, un outil choisi dans le groupe formé d'un pinceau, d'une brosse, d'une éponge et d'un pulvérisateur.

Avantageusement, dans un procédé selon l'invention, on réalise un traitement de la composition liquide de façon à séparer l'émulsion stable  
5 d'au moins un corps gras dans l'eau et une composition, dite composition protéique et pectique, riche en protéines et en pectines. On réalise un tel traitement de séparation de l'émulsion stable et de la composition protéique et pectique pour des moyens connus en eux-mêmes de l'homme du métier, notamment par décantation à température ambiante.

10 Avantageusement et selon l'invention, préalablement à l'étape de thermo-compression, on ajoute au tourteau de plante oléagineuse une quantité de ladite composition protéique et pectique.

Avantageusement et selon l'invention, un tel procédé ne comprend aucune étape d'addition d'un liant exogène à ladite composition de plante  
15 oléagineuse.

A titre d'exemple non limitatif, un tel procédé trouve l'une de ses applications dans le domaine de la fabrication d'intercalaires pour palettes de conditionnement, de conteneurs -notamment de caissettes pour la production légumière et de bacs pour compost- obtenus par assemblage de panneaux plans  
20 thermo-pressés, et de contenants thermo-moulés en particulier pour l'alimentation des animaux domestiques.

Un procédé selon l'invention trouve aussi ses applications :

- dans la production de compositions lubrifiantes à base d'huile végétale ;
- dans les formulations de transport de principes actifs -notamment de  
25 composés phytosanitaires-, dans lesquelles sont recherchées des émulsions stables du type « huile dans eau » d'origine végétale ;
- dans le traitement hydrophobe de surfaces -notamment de surfaces hydrophiles- ;
- dans la production d'une huile végétale de haute qualité et ne nécessitant pas  
30 l'utilisation pour son extraction de solvants organiques du type n-hexane ;
- dans la production de protéines végétales natives n'ayant subi aucun

traitement à une température supérieure à 100°C et qui ne sont donc pas dénaturées, en particulier pour la cosmétologie ;

- dans la production de gélifiants -notamment de pectines-.

Avantageusement et selon l'invention, un tel procédé est  
5 adapté pour permettre le traitement d'une composition de plante oléagineuse entière et sa transformation en :

- un matériau solide présentant :
  - o une masse volumique supérieure à 0,9 kg/l, notamment comprise entre 0,9 kg/l et 1,2 kg/l et ;
  - 10 o une valeur de résistance à la rupture en flexion supérieure à 14,4 MPa -mesurée selon la norme NF EN 310 après conditionnement du matériau solide dans une enceinte climatique à la température de 25°C et sous une humidité relative de l'ordre de 52,5% de façon que sa teneur en humidité soit comprise entre 4,5% et 5,5%-.

15 Avantageusement et selon l'invention, un tel procédé est adapté pour permettre le traitement d'une composition de plante oléagineuse et sa transformation en une émulsion stable du corps gras de la composition de plante oléagineuse dans l'eau.

Avantageusement et selon l'invention, un tel procédé est  
20 adapté pour permettre le traitement d'une composition de plante oléagineuse et sa transformation en une composition, dite composition protéique et pectique, liquide hydrophile essentiellement protéique.

L'invention s'étend par ailleurs à un matériau solide constitué d'au moins une partie des constituants d'une composition de plante oléagineuse  
25 comprenant au moins un corps gras, caractérisé en ce que ledit matériau solide :

- présente une résistance à la rupture en flexion mesurée - selon la norme NF EN 310- sur un tel matériau solide présentant une teneur en humidité comprise entre 4,5% et 5,5% supérieure à 14,4 MPa, et en ce qu'il ;
- comprend une proportion massique du(des) corps gras  
30 -notamment de triglycéride- inférieure à 7,78% -en particulier comprise entre 5% et 7,7%, préférentiellement de l'ordre de 7,5%-.

L'invention vise aussi un tel matériau solide présentant un module d'élasticité en flexion supérieur à 2,2 GPa.

Avantageusement et selon l'invention, le matériau solide est  
5 sensiblement -notamment totalement- exempt de composé synthétique

L'invention vise aussi un tel matériau solide constitué  
uniquement d'une partie oléagineuse d'une composition de plante oléagineuse à  
l'exclusion de tout liant synthétique non naturel ajouté artificiellement à un tourteau  
de ladite plante oléagineuse obtenu à partir d'au moins une partie oléagineuse de la  
10 plante oléagineuse -notamment de la plante oléagineuse entière-.

L'invention vise aussi un tel matériau solide obtenu par un  
procédé selon l'invention.

Avantageusement et selon l'invention, le matériau solide est  
composé sensiblement uniquement -notamment uniquement- de composés de la  
15 composition de plante oléagineuse. Avantageusement, le matériau solide est exempt  
de composé susceptibles d'avoir été ajoutés artificiellement au tourteau de plante  
oléagineuse -notamment de composés synthétiques-.

L'invention vise aussi l'utilisation d'un tel matériau solide  
pour la fabrication d'ustensiles biodégradables.

20 En particulier, l'invention vise une telle utilisation dans  
laquelle on traite la surface d'un tel ustensile biodégradable avec une émulsion  
stable d'au moins un corps gras de la composition de plante oléagineuse dans l'eau.

L'invention concerne également un procédé, un matériau  
solide et l'utilisation d'un tel matériau solide caractérisés en combinaison par tout  
25 ou partie des caractéristiques mentionnées ci-dessus ou ci-après.

D'autres buts, caractéristiques et avantages de l'invention  
apparaîtront à la lecture des exemples suivants donnés uniquement à titre  
d'illustrations non limitatives de l'invention.

#### EXEMPLE 1

30 Dans un procédé selon l'invention, on récolte les parties  
aériennes de plants de tournesol. Les plants de tournesol (*Helianthus annuus*

*Linnaeus*) sont de variété oléique (du type Aurasol). Les parties aériennes de plants de tournesol sont récoltées à maturité des tournesols et sont fournies par la coopérative La Toulousaine de Céréales-Oxalliance (Haute-Garonne, France).

Les caractéristiques moyennes des parties aériennes de ces plants sont données ci-après dans le tableau 1 à titre d'exemple illustratif de l'invention.

Partie de la plante		Dimensions	Répartition pondérale (*)	Teneur en humidité, %
Capitule	Diamètre moyen	13 cm	15,2	40 – 45
	Epaisseur au centre	1,5 cm		
Tige	Hauteur moyenne	155 cm	33,3	
	Diamètre moyen à la base	2,5 cm		
	Diamètre moyen en haut	1 cm		
Moelle			4,0	
Ecorce	Epaisseur moyenne	0,1 cm	29,3	
Graine	Longueur moyenne	10 mm	51,5	6,5
	Epaisseur moyenne	3 à 3,5 mm		

Tableau 1

Les valeurs de répartition pondérale (\*) sont données en pourcentage massique par rapport à la masse sèche (MS) de la plante. La teneur en humidité (%) correspond à la teneur en humidité (%) de la plante à la récolte.

Les parties aériennes de tournesol de lots issus des récoltes de 2004 (lot n°1), 2005 (lots n° 2 et 3) et 2006 (lot n°4) sont placées pour séchage dans une étuve ventilée à 50°C pendant 48 heures, puis broyées avec un broyeur à marteaux VS 1 (ELECTRA, Poudenas, France) équipé d'une grille de 15 mm et conditionnées en sacs pour leur stockage. La répartition des principaux constituants dans les quatre lots est donnée en pourcentage massique (% MS) par rapport à la masse sèche du lot dans le tableau 2 suivant.

	Lot n°1	Lot n°2	Lot n°3	Lot n°4
Humidité, %	7,75 ± 0,01	5,01 ± 0,57	5,99 ± 0,14	4,70 ± 0,01
Cendres minérales, % MS	5,60 ± 0,48	6,46 ± 0,19	6,41 ± 0,12	7,21 ± 0,01
Lipides, % MS	25,07 ± 0,47	26,83 ± 0,43	25,40 ± 0,06	25,55 ± 0,37
Protéines, % MS	8,59 ± 0,00	10,65 ± 0,17	10,79 ± 0,12	13,35 ± 0,20
Constituants pariétaux, % MS	46,38 ± 0,62	40,89 ± 0,67	41,08 ± 0,74	45,23 ± 1,37
<i>Cellulose, % MS</i>	24,87 ± 0,34	23,93 ± 0,55	23,16 ± 0,07	26,43 ± 1,10
<i>Hémicellulose, % MS</i>	10,94 ± 0,24	7,83 ± 0,09	7,49 ± 0,49	8,69 ± 0,12
<i>Lignines, % MS</i>	10,57 ± 0,04	9,13 ± 0,03	10,43 ± 0,18	10,11 ± 0,15
Non déterminés, % MS	14,36 ± 1,57	15,17 ± 1,46	16,32 ± 1,04	8,66 ± 1,95

Tableau 2

Les valeurs de répartition pondérale des principaux constituants sont données en pourcentage massique par rapport à la masse sèche (% MS) de la plante. Le pourcentage d'humidité (%) est donné par rapport à la masse totale de la plante à la récolte.

Les lipides représentent sensiblement le quart du poids sec de la plante proviennent essentiellement des graines et sont retrouvés à moins de 7 % dans le capitule sec et à 0,5 % dans la tige sèche. Les protéines représentent sensiblement entre 9% et 13% du poids sec de la plante proviennent aussi pour l'essentiel des graines : ils sont retrouvés à moins de 6% dans le capitule sec et à moins de 2% dans la tige sèche. Les constituants pariétaux, formés essentiellement de fibres de cellulose, de fibres d'hémicellulose et de fibres de lignine, sont dosés selon la méthode décrite dans les documents suivants :

- Van Soest, P.J., (1963), « *J. AOAC Int.*, 46, 829-835. *Use of detergents in the analysis of fibrous feeds: a rapid method for the determination of fiber and lignin* » ;

- Van Soest, P.J. et Wine, R.H., (1967), « *J. AOAC Int.*, 50, 50-55. *Use of detergents in the analysis of fibrous feeds: determination of plant cell wall constituents* » ;

- Van Soest, P.J. et Wine, R.H., (1968), « *J. AOAC Int.*, 51 (4), 780-784. *Determination of lignin and cellulose in acid detergent fiber with*



*permanganate* ».

Le bilan de matières décrit au tableau 2 laisse apparaître un déficit -de l'ordre de 15%- de matière sèche totale dont le pourcentage massique est donné à la ligne intitulée « Non déterminés, %MS ». Ce déficit de matière est au moins en partie interprété par les inventeurs comme étant dû aux substances hydrosolubles -notamment les pectines- non dosées dans les lipides, dans les protéines et dans les constituants pariétaux. Cette fraction massique de pectine a été estimée à 10% dans l'écorce des tiges, à 17,6 % dans la moelle des tiges et à 21,7 % dans les capitules, représentant 6,9 % de la matière sèche du mélange issu des plantes entières.

#### Séparation liquide/solide en extrudeur bi-vis

On réalise l'étape de broyage et de trituration des parties aériennes de tournesol préalablement broyées dans une unité pilote d'extrusion bi-vis du type CLEXTRAL BC 45 (CLEXTRAL SA, Firminy, France) dans lequel deux vis parallèles et identiques, de profondeur de filet constante, tournent en même temps et à la même vitesse dans l'alésage d'un fourreau bilobé fixe. Dans un tel dispositif, les deux vis parallèles sont du type copénétrantes et adaptées pour soumettre les parties aériennes du tournesol à un travail mécanique de cisaillement et de mélange. Le fourreau et les vis parallèles sont formés d'acier nitruré ou d'alliages industriels spéciaux adaptés aux conditions opératoires en particulier d'abrasivité et de corrosion. Chacune des vis est formée de tronçons de vis s'étendant axialement et successivement sur un axe cannelé et ménageant axialement des zones successives de traitement de la matière végétale entre une zone de chargement de l'extrudeur bi-vis et une zone de sortie d'un tourteau végétal.

Une configuration théorique préférentielle d'un extrudeur bi-vis est décrite dans le tableau 3 ci-après.

Module	n°1		n°2	
Chauffage	Non		Non	
Température	ambiante		Ambiante	
Vis	T2F	C2F	C2F	DM
Longueur du tronçon, cm	10	10	10	10
Pas de vis (mm) / angle	66 mm	50 mm	33 mm	45°

Module	N°3				n°4	
Chauffage	oui				Oui	
Température	80°C				80°C	
Longueur du tronçon, cm	5	5	5	10	10	5
Vis	C2F	BB	C2F	C1F	C1F	BB
Pas de vis (mm) / angle	25 mm	90°	33 mm	33 mm	25 mm	90°

Module	n°5		n°6		n°7		
Chauffage	Oui		non		Oui		
Température	80°C		ambiante		80°C		
Longueur du tronçon, cm	10	10	10	10	10	5	5
Vis	C1F	C1F	C1F	C1F	C1Fr	CF1Cr	C1F
Pas de vis (mm) / angle	33 mm	33 mm	33 mm	25 mm	15 mm	-15 mm	25 mm

Tableau 3

Dans une telle configuration non exclusive, d'un dispositif de broyage mis en œuvre dans un procédé selon l'invention, l'extrudeur bi-vis CLEXTRAL BC 45 comprend enchainés linéairement les uns aux autres successivement :

- un premier module (module n°1) non thermo-régulé

s'étendant en regard de la zone de chargement et comprenant :

- un tronçon de vis trapézoïdale et à double filet du type T2F et présentant un pas de vis de 66 mm adapté pour permettre l'introduction de la matière végétale et son convoyage, et ;
- 5 ○ un tronçon de vis conjuguée et à double filet du type C2F et présentant un pas de vis de 50 mm adapté pour permettre le convoyage de la matière végétale ;
  - un deuxième module (module n°2), non thermo-régulé,

s'étendant en aval du premier module et comprenant :

- 10 ○ un tronçon de vis conjuguée et à double filet du type C2F et présentant un pas de vis de 33 mm adapté pour permettre le convoyage et la compression de la matière végétale ;
- une série de 10 disques malaxeur mono-lobe du type DM (MAL 0) s'étendant à 45° sur l'axe cannelé, adaptée pour permettre une
- 15 compression radiale et le cisaillement de la matière végétale et pour augmenter le temps de séjour de la matière végétale dans l'extrudeur ;
  - des troisième et quatrième modules (modules n°3 et n°4)

thermo-régulés à 80°C, s'étendant en aval du deuxième module et comprenant :

- 20 ○ un tronçon de vis conjuguée et à double filet du type C2F et présentant un pas de vis de 25 mm adapté pour permettre le convoyage de la matière végétale ;
- une série de 5 disques malaxeurs bi-lobe du type BB (MAL 2) montés perpendiculairement à l'axe cannelé, adapté pour permettre un mélange de la matière végétale et pour augmenter le temps de séjour
- 25 de la matière végétale dans l'extrudeur ;
- un tronçon de vis conjuguée et à double filet du type C2F et présentant un pas de vis de 33 mm adapté pour permettre le convoyage de la matière végétale ;
- un tronçon de vis conjuguée et à simple filet du type C1F et présentant
- 30
  - un pas de vis de 33 mm adapté pour permettre le convoyage de la matière végétale, et ;

- une entrée d'eau dans l'extrudeur bi-vis ;
- un tronçon de vis conjuguée et à simple filet du type C1F et présentant un pas de vis de 25 mm adapté pour permettre le convoyage et la compression de la matière végétale ;
- 5 ○ une série de 5 disques malaxeurs bi-lobe du type BB (MAL 2) montés perpendiculairement à l'axe cannelé, adaptée pour permettre un mélange de la matière végétale et de l'eau et pour augmenter le temps de séjour de la matière végétale dans l'extrudeur ;
  - un cinquième module (module n°5) thermo-régulé à 80°C,
- 10 s'étendant en aval du quatrième module et comprenant deux tronçons successifs de vis conjuguée et à simple filet du type C1F et présentant un pas de vis de 33 mm adapté pour permettre le convoyage de la matière végétale ;
  - un sixième module (module n°6), non thermo-régulé, s'étendant en aval du cinquième module et comprenant :
- 15 ○ un tronçon de vis conjuguée et à simple filet du type C1F et présentant un pas de vis de 33 mm, ledit sixième module présentant une sortie de fluide (filtrat) s'étendant en regard de ce tronçon C1F ;
- un tronçon de vis conjuguée et à simple filet du type C1F et présentant un pas de vis de 25 mm ;
- 20 - un septième module (module n°7) thermo-régulé à 80°C, s'étendant en aval du sixième module et comprenant :
- un tronçon de vis conjuguée et à simple filet du type C1Fr (tronçon de vis rainuré) et présentant un pas de vis de 15 mm, et ;
- un tronçon de vis conjuguée et à simple filet du type CF1Cr (tronçon de vis rainuré) et présentant un pas de vis inverse de 15 mm ;
- 25 ○ un tronçon de vis conjuguée et à simple filet du type C1F et présentant un pas de vis de 25 mm.

Dans un tel dispositif, la matière végétale progresse axialement en passant d'une vis à l'autre en suivant un trajet en « huit ouvert » entre la zone de chargement et la zone de sortie du tourteau végétal. La vitesse de rotation des vis est adaptée pour éviter un engorgement de l'extrudeur. A titre de premier

30

exemple, la valeur minimum de vitesse de rotation des vis est de 20 tpm (tour par minute) pour un débit de 5,5 kg/h de matière végétale et de 20,5 kg/h d'eau en entrée de l'extrudeur. A titre de second exemple, la valeur maximum du débit d'eau est de 48,0 kg/h, pour un débit de matière végétale de 7,0 kg/h (rapport liquide/solide de 6,9) et une rotation des vis de 32 tpm.

#### Analyse du filtrat obtenu par extrusion bi-vis de tournesols plante entière

On récupère le filtrat obtenu par extrusion d'une matière végétale telle que décrite ci-dessus dans laquelle la vitesse de rotation des vis est de 34 tpm, le débit de matière végétale en entrée de l'extrudeur est de 5,8 kg/h, le débit d'eau en entrée de l'extrudeur est de 20,5 kg/h, le débit du filtrat en sortie de l'extrudeur est de 15,5 kg/h et le débit de tourteau végétal en sortie de l'extrudeur est de 10,8 kg/h. On soumet le filtrat à une première étape de séparation liquide/solide par filtration sur une toile métallique de mailles carrées de 100 µm de côté, puis sur une toile en nylon de mailles carrées de 50 µm de côté. On collecte les particules fines retenues sur les toiles métalliques et en nylon et on ajoute ces particules au tourteau végétal. Le filtrat débarrassé des particules est homogénéisé par traitement à haute pression (de l'ordre de  $3 \cdot 10^5$  hPa) puis centrifugé à 3000 g pendant 10 min à la température de 10°C. On obtient une phase hydrophobe inférieure et une phase mixte que l'on sépare par décantation. On laisse la phase mixte au repos pendant une durée de 15 h adaptée pour permettre une séparation d'une phase hydrophile et d'une phase hydrophobe supérieure. La durée nécessaire pour obtenir une séparation partielle ou totale de la phase hydrophile et de la phase hydrophobe supérieure est donnée dans le tableau 4 ci-après en pourcentage de la phase hydrophile séparée.

Rendement de décantation de la phase hydrophile, %	10	20	50	80	90	100
Durée, h	0,3	1,2	15,8	155,3	330	700,5

Tableau 4

En variante, on réalise une centrifugation complémentaire de la phase mixte supérieure restante à 3000 g pendant 10 min à la température de

10°C de façon à collecter une phase hydrophile complémentaire, sensiblement débarrassée du reste de la phase hydrophobe inférieure séparée sous forme de culot, et une phase hydrophobe supérieure.

5 On analyse la composition chimique de la phase hydrophobe supérieure, de la phase hydrophile, de la phase hydrophobe inférieure et du culot de centrifugation complémentaire (fraction résiduelle de la phase hydrophobe inférieure). Les résultats sont donnés au tableau 5 ci-après.

	Phase hydrophobe supérieure	Phase hydrophile	Phase hydrophobe inférieure	Culot de centrifugation complémentaire
Répartition massique, %	16,6	71,1	6,2	1,6
Densité, g/cm <sup>3</sup>	0,974	1,009	1,026	n.d.
Teneur en humidité, %	74,14 ± 0,39	97,26 ± 0,02	80,29 ± 0,07	90,86 ± 0,13
Cendres minérales, % MS	2,58 ± 0,11	27,66 ± 1,79	6,72 ± 0,27	10,77 ± 0,12
Lipides, % MS	78,48 ± 1,30	30,60 ± 0,45	58,45 ± 1,71	48,43 ± 0,41
Protéines, % MS	17,04 ± 0,19	22,16 ± 0,18	15,85 ± 0,08	25,84 ± 0,28
Sucres totaux, % MS	0,76 ± 0,03	8,28 ± 0,28	9,22 ± 0,23	n.d.**
Substances pectiques, % MS	0,69 ± 0,06	11,69 ± 0,29	10,22 ± 0,38	n.d.**

**Tableau 5**

(\*\* n.d. : non déterminé).

10

Les débits de production d'eau, de lipides et de protéines dans les fractions de particules fines, de la phase hydrophobe supérieure, de la phase hydrophile, de la phase hydrophobe inférieure et du culot de centrifugation sont donnés dans le tableau 6 ci-après.

	Débit massique, kg/h (%)	Débit d'eau, kg/h	Débit de lipides, kg/h	Débit de protéines, kg/h
Phase hydrophobe supérieure	2,6 (9,8 %)	1,91 ± 0,01	0,52 ± 0,01	0,11 ± 0,00
Phase hydrophile	11,1 (42,0 %)	10,75 ± 0,00	0,09 ± 0,00	0,07 ± 0,00
Phase hydrophobe inférieure	1,0 (3,6 %)	0,77 ± 0,00	0,11 ± 0,00	0,03 ± 0,00
Culot de centrifugation	0,3 (1,0 %)	0,23 ± 0,00	0,01 ± 0,00	0,01 ± 0,00
Pied	0,7 (2,7 %)	0,46 ± 0,00	0,05 ± 0,00	0,03 ± 0,00
Tourteau	10,8 (40,9 %)	6,74 ± 0,02	0,58 ± 0,00	0,29 ± 0,00

Tableau 6

## EXEMPLE 2

Obtention d'un tourteau (I) par extrusion bi-vis de tournesol5 plante entière

On forme un tourteau (I) par extrusion bi-vis d'une plante entière selon un procédé décrit ci-dessus (Séparation liquide/solide en extrudeur bi-vis). La vitesse de rotation des vis de l'extrudeur bi-vis est de 60 tpm, le débit de la matière végétale en entrée de l'extrudeur est de 5,0 kg/h, le débit d'eau en entrée de l'extrudeur est de 20,3 kg/h, le débit du filtrat en sortie de l'extrudeur est de 15,8 kg/h et le débit de tourteau (I) végétal en sortie de l'extrudeur bi-vis est de 9,6 kg/h.

On sépare, par tamisage du tourteau (I) obtenu par extrusion, trois fractions (T, F<sub>1</sub> et F<sub>2</sub>). La fraction T, représentant 20,4% en masse du tourteau (I), est composée des particules de plus petite taille formées de particules provenant quasi-exclusivement des amandes. La fraction T contient 17,3% de lipides et 9,5% de protéines.

La fraction F<sub>1</sub> représente 30,9% en masse du tourteau (I) et est

composée de fibres (morceaux d'écorce et des coques de graines) et de restes des amandes. La fraction  $F_1$  est formée de particules présentant un diamètre moyen compris entre 0,5 mm et 1,0 mm.

5 La fraction  $F_2$  représente 48,8% en masse du tourteau (I) et est composée de fibres (morceaux d'écorce et des coques de graines) à l'exclusion de restes des amandes. La fraction  $F_2$  est constituée d'une première classe de particules (42,0% en masse du tourteau) présentant un diamètre moyen compris entre 1,0 mm et 2,0 mm et d'une deuxième classe de particules (6,8% en masse du tourteau) présentant un diamètre moyen compris entre 2,0 mm et 4,0 mm.

10

#### Analyse du tourteau (I) de tournesol plante entière

La composition chimique du tourteau (I) et des trois fractions (T,  $F_1$  et  $F_2$ ) est donnée dans le tableau 7 ci-après en pourcentage par rapport à la matière sèche.

	Tourteau (I)	Fraction T	Fraction $F_1$	Fraction $F_2$
Cendres minérales, %	4,44 ± 0,14	6,03 ± 0,10	5,21 ± 0,02	4,42 ± 0,11
Lipides, %	13,15 ± 0,04	17,33 ± 0,12	14,67 ± 0,10	10,23 ± 0,23
Protéines, %	6,72 ± 0,08	9,49 ± 0,05	8,23 ± 0,01	6,41 ± 0,01
Constituants pariétaux, %	58,69 ± 0,89	n.d.	n.d.	64,67 ± 0,86
Cellulose, %	33,09 ± 0,53	n.d.	n.d.	36,06 ± 0,34
Hémicelluloses, %	13,05 ± 0,19	n.d.	n.d.	15,16 ± 0,02
Lignines, %	12,55 ± 0,17	n.d.	n.d.	13,45 ± 0,50

Tableau 7

15

Les inventeurs ont découvert que les protéines présentes dans le tourteau sont susceptibles de jouer le rôle de liant thermoplastique et/ou de résine thermodurcissable dans une matrice fibreuse d'origine végétale.

#### EXEMPLE 3

20 Obtention d'un tourteau (II) par extrusion bi-vis de tournesol plante entière

On forme un tourteau (II) par extrusion bi-vis d'une plante entière. La vitesse de rotation des vis est de 75 tpm, le débit de la matière végétale en entrée de l'extrudeur bi-vis est de 7,4 kg/h, le débit d'eau en entrée de



l'extrudeur bi-vis est de 24,4 kg/h, le débit du filtrat en sortie de l'extrudeur bi-vis est de 17,6 kg/h et le débit de tourteau végétal en sortie de l'extrudeur bi-vis est de 14,2 kg/h.

Analyse du tourteau (II) de tournesol plante entière

- 5 La composition chimique du tourteau (II) est donnée dans le tableau 8 ci-après en pourcentage par rapport à la matière sèche.

	Tourteau (II)
Teneur en humidité, %	3,60 ± 0,09
Cendres minérales, %	6,00 ± 0,11
Lipides, %	16,18 ± 0,05
Protéines, %	8,79 ± 0,02
Constituants pariétaux, %	42,66 ± 0,17

Tableau 8

Thermo-pressage du tourteau (II) (presse MAPA 50)

- On place entre les deux plateaux d'une presse hydraulique de
- 10 laboratoire d'une capacité de 50 tonnes de type MAPA 50 (PEI, Pinette Emidecau Industries, Chalon sur Saône, France) une quantité de 85 g du tourteau (II) tel que décrit ci-dessus dans un moule de forme carrée de 130 mm de côté préalablement chauffé à la température de 200°C. On soumet cette quantité de tourteau (II) à une montée en pression à la vitesse de 10 bars/s toujours à 200°C. On maintient cette
- 15 pression de 320 kgf/cm<sup>2</sup> pendant une durée de 60 s à 200°C, puis on réalise une détente à la vitesse de 2 bars/s. On obtient un panneau thermo-pressé de dimension 130 mm x 130 mm. L'épaisseur du panneau thermo-pressé mesurée au Vernier est de 4,02 ± 0,14 mm. Cette mesure est réalisée à la température ambiante après
- 20 équilibrage du panneau thermo-pressé pendant une durée de 3 semaines sous humidité relative de 60%. La densité de ce panneau thermo-pressé obtenu est de 1,00 ± 0,03.

- Le module d'élasticité en flexion ( $E_f$ ) de ce panneau thermo-pressé déterminé selon la norme NF EN 310 est de 2294,1 ± 198,2 MPa et la résistance à la rupture en flexion ( $\sigma_{rf}$ ) est de 14,4 ± 0,7 MPa, correspondant à une
- 25 force appliquée à la rupture de 51,4 ± 0,6 N pour une distance entre les centres des

appuis de 100 mm et une largeur de l'éprouvette de l'ordre de 30 mm.

Selon la norme NF EN 310, on évalue la résistance à la rupture en flexion ( $\sigma_{rf}$ ) et le module d'élasticité en flexion ( $E_f$ ) au moyen d'un dispositif de flexion en trois points. On utilise à cet effet un dispositif d'essai H5KT (JFC, Villemur sur Tarn, France). La méthode utilisée consiste à déformer une éprouvette formée du matériau à tester reposant sur deux appuis à l'aide d'un poinçon. Le poinçon est mobile en déplacement perpendiculairement à l'axe d'allongement de l'éprouvette. Sa vitesse de déplacement lors du test est de 6 mm/min. La force exercée par le poinçon sur l'éprouvette est appliquée en un point équidistant des deux points d'appuis de l'éprouvette. Les éprouvettes sont formées de lamelles de largeur sensiblement de l'ordre de 30 mm préalablement équilibrées pendant 3 semaines dans une enceinte climatique régulée à 60% d'humidité relative et 25°C. On enregistre expérimentalement une courbe de déformation (déplacement,  $d$  en mm) en fonction de la contrainte appliquée (force, en N). Exprimé en MPa, le module d'élasticité en flexion ( $E_f$ ) est la valeur de la tangente à l'origine de la courbe :

$$E_f = \frac{\ell^3}{4 \times b \times t^3} \times \frac{F_2 - F_1}{d_2 - d_1} ;$$

dans laquelle :

- $\ell$  est la distance séparant les centres des appuis ( $\ell = 100$  mm)
- $b$  est la largeur de l'éprouvette mesurée au centre de l'éprouvette ( $b \approx 30$  mm) ;
- $t$  est l'épaisseur au centre de l'éprouvette mesurée au Vernier (l'épaisseur doit être comprise entre 4 mm et 8 mm) ;
- $F_1$  (en N) est de l'ordre de 10% de la valeur de la charge de rupture ;
- $F_2$  (en N) est de l'ordre de 40% de la valeur de la charge de rupture ;
- $d_1$  et  $d_2$  sont les déplacements correspondants.

Exprimé en MPa, la résistance à la rupture en flexion ( $\sigma_{rf}$ ) répond à la formule :

$$\sigma_{rf} = \frac{3 \times F_{\text{rupture}} \times \ell}{2 \times b \times t^2}$$

dans laquelle :

- $\ell$  est la distance séparant les centres des appuis ( $\ell = 100$  mm)
- $b$  est la largeur de l'éprouvette mesurée au centre de l'éprouvette ( $b \approx 30$  mm) ;
- 5 -  $t$  est l'épaisseur au centre de l'éprouvette mesurée au Vernier (l'épaisseur doit être comprise entre 4 mm et 8 mm) ;
- $F_{\text{rupture}}$  (en N) est la force appliquée à la rupture.

On analyse aussi l'imperméabilité du panneau thermo-pressé vis-à-vis de l'eau par mesure de l'évolution de l'angle de contact d'une goutte d'eau déposée en surface du panneau thermo-pressé. L'angle de contact d'une goutte d'eau déposée en surface du panneau thermo-pressé initialement de  $90^\circ$  décroît en 10 s jusqu'à une valeur de  $60^\circ$ , puis diminue lentement pour atteindre une valeur de  $30^\circ$  en 3 min.

#### EXEMPLE 4

15 Thermo-pressage d'un tourteau (III) (presse hydraulique de capacité 400 tonnes)

On place entre les deux plateaux d'une presse hydraulique d'une capacité de 400 tonnes (Pinette Emidecau Industries, Chalon sur Saône, France) 700 g d'un tourteau (III) obtenu par extrusion bi-vis dans un moule de 20 forme carrée de 40 cm de côté préalablement chauffé à la température de  $200^\circ\text{C}$ .

La composition chimique du tourteau (III) est donnée dans le tableau 9 ci-après en pourcentage par rapport à la matière sèche.

	Tourteau (III)
Teneur en humidité, %	$2,78 \pm 0,03$
Cendres minérales, %	$5,23 \pm 0,03$
Lipides, %	$16,47 \pm 0,04$
Protéines, %	$8,99 \pm 0,01$
Constituants pariétaux, %	$45,81 \pm 0,22$

Tableau 9

On soumet cette quantité de tourteau (III) à une première 25 montée en pression à la vitesse de 10 bars/s jusqu'à la pression de  $46 \text{ kgf/cm}^2$  et on

maintient cette pression pendant 30 s, toujours à 200°C. On réalise une détente de dégazage du tourteau jusqu'à la pression atmosphérique d'une durée de 30 s.

On réalise ensuite une seconde montée en pression à la vitesse de 10 bars/s jusqu'à la pression de 185 kgf/cm<sup>2</sup>. On maintient cette pression de 185 kgf/cm<sup>2</sup> pendant une durée de 60 s à 200°C, puis on réalise une détente à la vitesse de 2 bars/s. On obtient un panneau thermo-pressé de dimension 400 mm x 400 mm. L'épaisseur du panneau thermo-pressé mesurée au Vernier est de 3,04 ± 0,21 mm. Cette mesure est réalisée à la température ambiante après équilibrage du panneau thermo-pressé pendant une durée de 3 semaines sous humidité relative de 60%. La densité de ce panneau thermo-pressé obtenu est de 1,12 ± 0,03.

Le module d'élasticité en flexion ( $E_f$ ) du panneau thermo-pressé, déterminé selon la norme NF EN 310, est de 2352,8 ± 170,6 MPa et la résistance à la rupture en flexion ( $\sigma_{rf}$ ) est de 14,3 ± 1,7 MPa, correspondant à une force appliquée à la rupture de 27,3 ± 4,2 N pour une distance entre les centres des appuis de 100 mm et une largeur de l'éprouvette de l'ordre de 30 mm.

On réalise, à partir des panneaux thermo-pressés obtenus, un conteneur -notamment un bac à compost- formé de panneaux thermo-pressés collés les uns aux autres par leurs arêtes.

#### EXEMPLE 5

Thermo-moulage du tourteau (II) (presse hydraulique de capacité 50 tonnes)

On place entre les deux plateaux d'une presse hydraulique de laboratoire d'une capacité de 50 tonnes de type MAPA 50 (PEI, Pinette Emidecau Industries, Chalon sur Saône, France) un moule en deux parties complémentaires superposées et adapté pour former une écuelle conique. On place dans le moule préalablement chauffé à la température de 200°C, 120 g de tourteau (II) tel que décrit à l'exemple 3 et préalablement broyé à une granulométrie de 2 mm.

On soumet le moule à une pression de 253 kgf/cm<sup>2</sup> pendant une durée comprise entre 60 s et 180 s à 200°C. Après détente et ouverture du moule, on obtient une écuelle thermo-moulée formée d'un matériau exempt de cloque.

## EXEMPLE 6

On prépare les parties aériennes de plants de tournesol selon l'exemple 1 ci-dessus.

Séparation liquide/solide en extrudeur bi-vis

5 On réalise une étape de pré-broyage des parties aériennes de tournesol plante entière dans un broyeur à marteaux Electra VS 1 présentant une grille de 15 mm. On soumet ce broyat à une étape de broyage/trituration dans une unité d'extrusion bi-vis du type CLEXTRAL EVOLUM HT 53 (CLEXTRAL SA, Firminy, France). Une telle unité d'extrusion bi-vis est formée d'un ensemble  
10 fourreau/vis d'une longueur de 1,90 m divisé en 9 modules successifs de longueurs identiques. La température des modules 2, 3, 4, 5, 6, 8 et 9 est maintenue à 80°C. La vitesse de rotation des vis est de 249 tpm, le débit d'alimentation de l'extrudeur bi-vis en broyat de plante entière est de 52,2 kg/h, le débit d'eau apportée dans l'extrudeur bi-vis est de 146,5 kg/h.

15 Le débit de tourteau (IV) produit en sortie de l'extrudeur bi-vis est de 96,8 kg/h et le débit du filtrat en sortie de l'extrudeur bi-vis est de 102,0 kg/h. La teneur en humidité (%) du tourteau en sortie de l'extrudeur bi-vis est de 63,4%. La composition chimique (en pourcentage de la masse sèche) du tourteau de plante entière après séchage est donnée au tableau 10 ci-après.

Humidité, %	5,93 ± 0,05
Cendres minérales, %	6,89 ± 0,02
Lipides, %	20,41 ± 0,06
Protéines, %	8,58 ± 0,09
Cellulose, %	30,90 ± 0,70
Hémicellulose, %	10,77 ± 0,44
Lignines, %	9,52 ± 0,18

20

Tableau 10

Thermo-pressage du tourteau (IV) avec la presse MAPA 50 dans un moule de 15 cm

On place entre les deux plateaux d'une presse hydraulique d'une capacité de 50 tonnes de type MAPA 50 (Pinette Emidecau Industries,

Chalon sur Saône, France) 125 g du tourteau (IV) dans un moule de forme carrée de 150 mm de côté préalablement chauffé à la température de 200°C. On soumet cette quantité de tourteau (IV) à une montée en pression à la vitesse de 10 bars/s toujours à 200°C jusqu'à une pression de consigne de 300 bars (240 kgf/cm<sup>2</sup>). On maintient cette pression de 240 kgf/cm<sup>2</sup> pendant une durée comprise entre 1 min et 10 min à 200°C. On réalise une détente à la vitesse de 2 bars/s jusqu'à une pression de consigne de 10 bars, puis à la vitesse de 1 bar/s jusqu'à la pression atmosphérique.

Les caractéristiques mécaniques des panneaux thermo-pressés obtenus après 1, 2, 3, 4, 5, 7,5 et 10 min de thermo-pressage et équilibrés pendant 3 semaines dans une enceinte maintenue à 25°C et à une humidité relative de 50-55% sont données en tableau 11 ci-après.

	Durée de thermo-pressage, min						
	1	2	3	4	5	7,5	10
t, mm	4,68±0,05	4,39±0,11	4,39±0,17	4,32±0,14	4,26±0,10	4,47±0,07	4,59±0,18
d, g/cm <sup>3</sup>	1,06±0,03	1,09±0,01	1,03±0,01	1,02±0,02	1,01±0,01	0,94±0,01	0,90±0,02
F <sub>rupture</sub> , N	49,8±1,7	45,8±4,5	47,9±2,6	43,6±3,6	37,9±0,3	39,0±1,7	17,9±1,0
σ <sub>rf</sub> , MPa	11,07±0,13	11,60±0,59	12,21±0,24	11,45±0,49	10,21±0,47	9,50±0,30	4,16±0,49
E <sub>f</sub> , GPa	2,21±0,16	2,25±0,27	2,05±0,25	1,97±0,62	1,38±0,26	1,32±0,19	0,43±0,09

Tableau 11

La force appliquée à la rupture (F<sub>rupture</sub>) est telle que définie à l'exemple 3 pour une distance séparant les centres des appuis de 100 mm et une largeur de l'éprouvette de l'ordre de 30 mm. La teneur en humidité de chaque panneau thermo-pressé puis stocké pendant 21 jours dans une enceinte maintenue à un taux d'humidité relative de 50 à 55% et à la température de 25°C, préalablement à la réalisation des tests mécaniques en flexion, est donnée dans le tableau 12 ci-après.

On obtient un panneau thermo-pressé présentant une résistance à la rupture en flexion (σ<sub>rf</sub>) de 12,21 MPa, mesurée dans les conditions définies ci-dessus, pour une durée de thermo-pressage de 3 min.

On réalise une analyse chimique des panneaux thermo-pressés obtenus après 1, 2, 3, 4, 5, 7,5 et 10 min de thermo-pressage. Les résultats sont

donnés dans le tableau 12 ci-après.

	Durée de thermo-pressage, min						
	1	2	3	4	5	7,5	10
Teneur en humidité, %	4,71±0,09	5,27±0,09	4,72±0,00	4,52±0,01	4,32±0,14	4,45±0,03	5,04±0,08
Cendres, %	7,66±0,15	7,81±0,06	8,19±0,02	8,50±0,10	8,47±0,01	8,59±0,05	8,71±0,04
Lipides, %	11,85±0,00	10,25±0,18	8,06±0,04	8,01±0,07	7,35±0,00	6,93±0,07	6,53±0,04
R <sub>pp</sub> , %	48,6	57,0	67,3	68,3	71,7	73,9	75,8
R <sub>pt</sub> , %	29,2	34,2	40,4	41,0	43,0	44,3	45,5
R <sub>Total</sub> , %	69,2	74,2	80,4	81,0	83,0	84,3	85,5

**Tableau 12**

Dans le tableau 12, la valeur R<sub>pp</sub> est le rapport (en pourcentage, %) de la quantité d'huile exprimée lors de l'étape de thermo-pressage et de la quantité d'huile totale du tourteau, la valeur R<sub>pt</sub> est le rapport (en pourcentage, %) de la quantité d'huile exprimée lors de l'étape de thermo-pressage et de la quantité d'huile de la plante entière, et la valeur R<sub>Total</sub> est le rapport (en pourcentage, %) de la quantité d'huile exprimée lors des étapes d'extrusion bi-vis et de thermo-pressage et de la quantité d'huile du tournesol plante entière.

Le rendement en huile extraite lors du fractionnement aqueux en extrudeur bi-vis du tournesol plante entière, calculé par rapport à l'huile résiduelle contenue dans le tourteau est égal à 40%.

#### EXEMPLE 7

Le tourteau (IV) de plante entière (tournesol) utilisé dans cet exemple 7 est préparé selon le procédé décrit à l'exemple 1 et est identique au tourteau (IV) de plante entière (tournesol) de l'exemple 6.

#### Thermo-pressage à la presse hydraulique MAPA 50, moule de 27 cm

On place entre les deux plateaux d'une presse hydraulique d'une capacité de 50 tonnes de type MAPA 50 (PEI, Pinette Emidecau Industries, Chalon sur Saône, France) 400 g du tourteau obtenu par extrusion bi-vis de tournesol plante entière dans un moule de forme carrée de 270 mm de côté

préalablement chauffé à la température de 200°C. On soumet cette quantité de tourteau à une montée en pression à la vitesse de 10 bars/s toujours à 200°C jusqu'à une pression de consigne de 300 bars (74 kgf/cm<sup>2</sup>). On maintient cette pression de 74 kgf/cm<sup>2</sup> pendant une durée comprise entre 1 min et 10 min à 200°C. On réalise  
5 une détente à la vitesse de 2 bars/s jusqu'à une pression de consigne de 10 bars, puis à la vitesse de 1 bar/s jusqu'à la pression atmosphérique.

Les caractéristiques mécaniques des panneaux thermo-pressés obtenus après 1, 2, 3, 4, 5, 7,5 et 10 min de thermo-pressage et équilibrés pendant 3 semaines dans une enceinte maintenue à 25°C à une humidité relative de l'ordre de  
10 50-55% sont données au tableau 13 ci-après.

	Durée de thermo-pressage, min						
	1	2	3	4	5	7,5	10
t, mm	4,48±0,05	4,59±0,10	4,93±0,19	4,62±0,28	4,46±0,20	3,98±0,13	4,10±0,28
d, g/cm <sup>3</sup>	1,05±0,02	1,03±0,00	0,99±0,03	0,98±0,04	1,01±0,04	1,05±0,03	1,00±0,05
F <sub>rupture</sub> , N	39,0±3,6	45,5±2,9	50,9±8,4	36,5±2,0	41,9±6,5	34,2±1,8	23,1±2,7
σ <sub>rf</sub> , MPa	9,58±1,06	10,64±0,72	10,28±1,65	8,55±1,45	10,35±0,68	10,70±0,48	6,76±0,79
E <sub>f</sub> , GPa	1,49±0,26	1,71±0,11	1,64±0,35	1,39±0,32	2,19±0,29	2,53±0,27	2,05±0,31

Tableau 13

La force appliquée à la rupture F<sub>rupture</sub> est telle que définie à l'exemple 3 pour une distance séparant les centres des appuis de 100 mm et une largeur de l'éprouvette de l'ordre de 30 mm. Le pourcentage d'humidité de chaque  
15 panneau thermo-pressé obtenu est donné dans le tableau 14 ci-après.

On obtient un panneau thermo-pressé présentant une résistance à la rupture en flexion (σ<sub>rf</sub>) maximale (10,70 MPa) pour une durée de thermo-pressage de 7,5 min. La teneur en humidité (%) des panneaux thermo-pressés puis stockés pendant 21 jours dans une enceinte maintenue à un taux  
20 d'humidité relative de 50 à 55% et à la température de 25°C, préalablement à la réalisation des tests mécaniques en flexion, est donnée dans le tableau 14 ci-après.

On réalise une analyse chimique des panneaux thermo-pressés obtenus après 1, 2, 3, 4, 5, 7,5 et 10 min de thermo-pressage. Les résultats sont donnés dans le tableau 14 ci-après.



	Durée de thermo-pressage, min						
	1	2	3	4	5	7,5	10
Humidité, %	5,13±0,11	4,97±0,06	4,71±0,05	5,16±0,00	4,25±0,08	4,20±0,04	5,19±0,11
Cendres, %	7,71±0,48	7,99±0,21	8,10±0,17	7,98±0,00	8,08±0,11	8,80±0,25	8,79±0,01
Lipides, %	13,06±0,03	11,59±0,19	9,16±0,07	9,31±0,00	9,52±0,07	8,32±0,11	8,69±0,11
R <sub>pp</sub> , %	44,2	51,0	61,3	62,3	62,0	68,9	67,8
R <sub>pt</sub> , %	26,5	30,6	36,8	37,4	37,2	41,3	40,7
R <sub>Total</sub> , %	66,5	70,6	76,8	77,4	77,2	81,3	80,7

Tableau 14

Le rendement en huile extraite lors du fractionnement aqueux en extrudeur bi-vis du tournesol plante entière, calculé par rapport à l'huile résiduelle contenue dans le tourteau est égal à 40%.

5 EXEMPLE 8 – Conditionnement des éprouvettes du matériau solide selon l'invention

On prépare un tourteau (IV) tel que décrit à l'exemple 6 puis on réalise une étape de thermo-pressage du tourteau (IV) avec une presse hydraulique d'une capacité de 400 tonnes (Pinette Emidecau Industries, Chalon sur Saône, France) telle que décrite à l'exemple 4. La densité tapée du tourteau est de 0,3.

15 On place entre les deux plateaux de la presse hydraulique 1000 g du tourteau (IV) dans un moule de forme carrée de 35 cm de côté (820 mg de tourteau par cm<sup>2</sup> de moule) préalablement chauffé à la température de 190°C. On soumet cette quantité de tourteau (IV) à une montée en pression à la vitesse de 10 bars/s toujours à 190°C jusqu'à une pression de consigne de 275 bars (332 kgf/cm<sup>2</sup>). On maintient cette pression de 332 kgf/cm<sup>2</sup> pendant une durée de 90 s à 190°C. On réalise une détente à la vitesse de 3 bars/s jusqu'à une pression de consigne de 50 bars, puis à la vitesse de 1 bar/s jusqu'à la pression atmosphérique.

20 On découpe 15 éprouvettes dans le panneau thermo-pressé et on place ces éprouvettes dans 5 enceintes (A, B, C, D et E) distinctes en vue de leur conditionnement.

L'enceinte A est une étuve ventilée (U15, Memmert,

Allemagne) maintenue à la température de 60°C. Les éprouvettes sont placées dans l'enceinte A pendant une durée de 24 heures.

L'enceinte B est une enceinte climatique close contenant une solution saturée de chlorure de lithium à l'intérieur de laquelle l'humidité relative mesurée est de 32,5%.

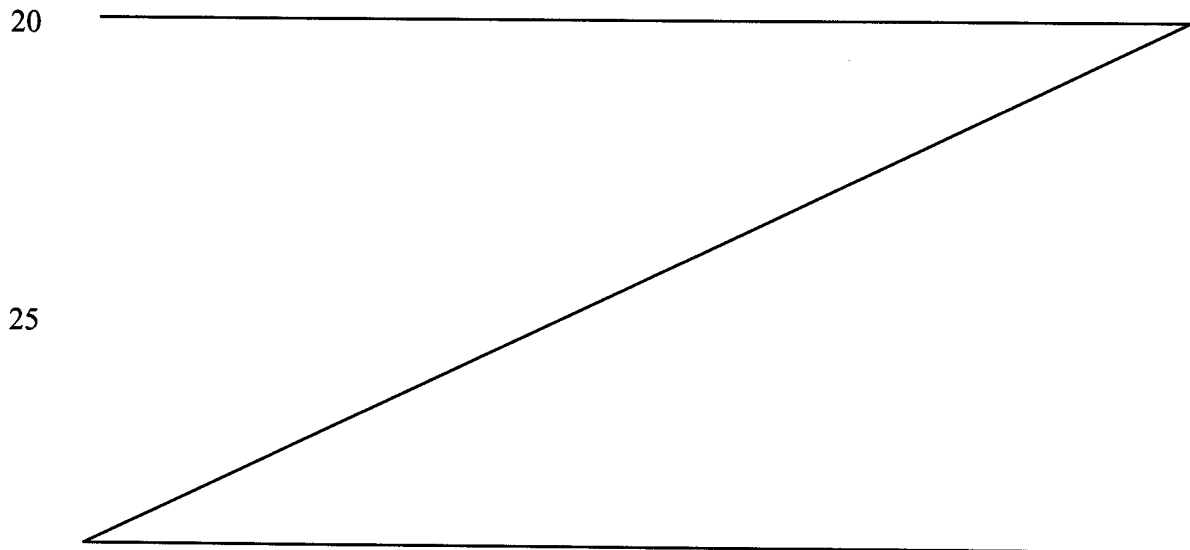
L'enceinte C est une enceinte climatique close contenant une solution saturée de chlorure de magnésium à l'intérieur de laquelle l'humidité relative mesurée est de 52,5%.

L'enceinte D est une enceinte climatique close (France Etuves) de volume utile de 7,2 m<sup>3</sup>. L'humidité relative mesurée dans cette enceinte D est de 60,0%.

L'enceinte E est une enceinte climatique close contenant une solution saturée de nitrate de magnésium à l'intérieur de laquelle l'humidité relative mesurée est de 75,0%

Les conditions de conditionnement des éprouvettes sont résumées dans le tableau 15 ci-après.

Les caractéristiques mécaniques des éprouvettes conditionnées dans les enceintes A, B, C, D et E sont données en tableau 15 ci-après.



Conditionnement	A	B	C	D	E
Teneur en humidité, %	1,15±0,00	3,89±0,01	5,21±0,12	6,23±0,06	8,61±0,03
t, mm	5,23±0,03	5,10±0,21	4,96±0,00	5,33±0,08	5,44±0,07
d, g/cm <sup>3</sup>	1,22±0,01	1,20±0,02	1,22±0,02	1,21±0,02	1,19±0,02
F <sub>rupture</sub> , N	57,0±0,8	67,2±1,4	79,7±0,7	75,5±3,0	39,2±0,7
σ <sub>rf</sub> , MPa	10,4±0,0	12,9±0,2	16,2±0,1	13,3±0,5	6,6±0,1
E <sub>f</sub> , GPa	1,2±0,1	1,3±0,1	1,9±0,0	1,0±0,0	0,7±0,1
Cendres, %MS	7,88±0,05				
Lipides, %MS	7,51±0,03				
R <sub>pp</sub> , %	72,5				
R <sub>pt</sub> , %	43,5				
R <sub>Total</sub> , %	83,5				

Tableau 15

Le rendement en huile extraite lors du fractionnement aqueux du tournesol plante entière en extrudeur bi-vis, calculé par rapport à l'huile résiduelle contenue dans le tourteau est égal à 40%.

EXEMPLE 9 – Traitement de surface d'un matériau selon l'invention

On réalise un traitement de surface du matériau selon l'invention en utilisant, à titre d'enduit, un volume de l'émulsion stable supérieure de la composition liquide obtenue à l'issue du traitement de la plante oléagineuse entière en extrudeur bi-vis.

On réalise aussi un traitement de surface du matériau selon l'invention en utilisant, à titre d'enduit, un volume de l'huile végétale obtenue par démixtion dans l'éthanol de l'émulsion stable supérieure de la composition liquide obtenue à l'issue du traitement de la plante oléagineuse entière en extrudeur bi-vis.

On réalise un tel traitement de surface extérieure de plaques formées d'un matériau solide selon l'invention (tel que conditionné selon le mode C de l'exemple 8) au moyen d'un pinceau et d'un applicateur adapté pour permettre

un dépôt d'enduit d'une épaisseur de 75  $\mu\text{m}$  en surface des plaques de matériau solide, puis on sèche les plaques enduites dans une étuve ventilée à la température de 60°C pendant 1 heure.

5 On mesure l'angle de contact d'une goutte d'eau pure déposée en surface dudit matériau à l'aide d'un goniomètre (GBX, Digidrop, France) équipé d'une micro-seringue de dépôt de la goutte par analyse temporelle des images transmises par une caméra vidéo suivant l'évolution de la goutte d'eau en surface du matériau.

10 On note que la durée ( $\Phi$ ) nécessaire pour que l'angle de contact atteigne une valeur d'angle de contact déterminée ( $\alpha_i$ ) est supérieure pour les plaques enduites comme montré au tableau 16 ci-après.

$\Phi$ , s	Angle de goutte						
	40°	35°	30°	25°	20°	15°	10°
Sans enduction	19	36	52	93	135	177	218
Emulsion stable supérieure de la composition liquide	39	85	148	212	275	338	401
Huile	44	120	195	270	345	420	496

Tableau 16

15 Le traitement d'une plaque formée d'un matériau selon l'invention avec une composition liquide obtenue à l'issue du traitement d'une plante oléagineuse entière en extrudeur bi-vis permet d'améliorer l'imperméabilité à l'eau de ce matériau (ralentissement de la cinétique de pénétration de l'eau vers l'intérieur du matériau).

#### EXEMPLE 10 – Thermo-pressage du tourteau (IV)

20 On place entre les deux plateaux d'une presse hydraulique d'une capacité de 50 tonnes de type MAPA 50 (Pinette Emidecau Industries, Chalon sur Saône, France) la masse de tourteau (IV) décrite au tableau 17 ci-après dans un moule de forme carrée de 150 mm de côté préalablement chauffé à la température de 200°C. On soumet cette quantité de tourteau (IV) à une montée en pression à la vitesse de 10 bars/s toujours à 200°C jusqu'à une pression de consigne

de 300 bars (240 kgf/cm<sup>2</sup>). On maintient cette pression de 240 kgf/cm<sup>2</sup> pendant 3 min à 200°C. On réalise une détente à la vitesse de 2 bars/s jusqu'à une pression de consigne de 10 bars, puis à la vitesse de 1 bar/s jusqu'à la pression atmosphérique.

- 5 Les caractéristiques mécaniques des panneaux thermo-pressés obtenus et équilibrés pendant 3 semaines sous atmosphère ajustée à 60% d'humidité relative et à 25°C sont données en tableau 17 ci-après.

	Masse de tourteau (IV), g						
	125	150	175	200	225	250	275
t, mm	4,53±0,04	5,25±0,08	6,06±0,05	6,98±0,04	8,13±0,03	9,19±0,11	10,76±0,07
d, g/cm <sup>3</sup>	1,01±0,05	1,03±0,02	1,03±0,03	1,04±0,01	1,00±0,01	0,99±0,02	0,92±0,02
F <sub>rupture</sub> , N	43,1±1,9	54,0±5,9	70,7±4,4	101,1±10,0	138,4±11,3	175,1±13,8	152,2±12,6
σ <sub>rf</sub> , MPa	10,40±0,46	9,70±0,98	9,54±0,70	10,31±0,90	10,40±0,76	10,27±1,02	6,53±0,56
E <sub>f</sub> , GPa	2,53±0,37	2,33±0,16	2,39±0,24	2,34±0,19	2,05±0,18	1,57±0,21	0,38±0,11

Tableau 17.

- 10 On réalise une analyse chimique des panneaux thermo-pressés obtenus et décrits au tableau 17. Les résultats de cette analyse chimique sont donnés au tableau 18 ci-après.

	Masse de tourteau (IV), g						
	125	150	175	200	225	250	275
Teneur en humidité, %	5,51±0,08	5,24±0,01	5,52±0,05	5,29±0,04	5,24±0,02	5,34±0,09	5,60±0,13
Cendres, %	8,30±0,11	8,37±0,01	8,47±0,07	8,59±0,06	8,20±0,02	8,52±0,08	8,15±0,01
Lipides, %	7,60±0,01	7,48±0,06	7,65±0,06	7,91±0,06	8,31±0,03	9,05±0,12	9,74±0,03
R <sub>pp</sub> , %	69,5	70,4	70,0	68,3	66,7	63,1	60,3
R <sub>pt</sub> , %	41,7	42,2	42,0	41,0	40,0	37,9	36,2
R <sub>Total</sub> , %	81,7	82,2	82,0	81,0	80,0	77,9	76,2

Tableau 18

Le rendement en huile extraite lors du fractionnement aqueux

du tournesol plante entière en extrudeur bi-vis, calculé par rapport à l'huile résiduelle contenue dans le tourteau est égal à 40%.

## REVENDICATIONS

1/ Procédé de fabrication d'un matériau solide à partir d'une composition de plante oléagineuse, dans lequel :

5 - on soumet d'abord ladite composition de plante oléagineuse à un traitement, dit traitement thermo-mécano-chimique, dans lequel on réalise une trituration de ladite composition de plante oléagineuse dans l'eau de façon à former :

- 10 o une composition liquide comprenant une émulsion stable d'au moins un corps gras de la composition de plante oléagineuse dans l'eau, et ;
- o un solide, dit tourteau de plante oléagineuse, présentant une teneur en corps gras inférieure à celle de la composition de plante oléagineuse, puis ;

15 - on soumet le tourteau de plante oléagineuse à une étape de thermo-compression à une température et à une pression prédéterminées ; caractérisé en ce qu'on maintient la pression prédéterminée et la température prédéterminée pendant une durée supérieure à 1 min et inférieure à 10 min de façon à former le matériau solide.

20 2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que pour le traitement thermo-mécano-chimique ;

- o on ajoute une quantité d'eau à ladite composition de plante oléagineuse, puis ;
- o on chauffe ladite composition de plante oléagineuse à une température inférieure à 100°C, puis ;
- 25 o on réalise une extrusion de ladite composition de plante oléagineuse.

3/ Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on réalise le traitement thermo-mécano-chimique de la composition de plante oléagineuse en continu dans un extrudeur bi-vis.

30 4/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on réalise une séparation liquide/solide de la composition liquide et du tourteau de plante oléagineuse.

5/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que, lors de l'étape de thermo-compression :

- 5           ○ on place le tourteau de plante oléagineuse entre deux organes complémentaires de pressage d'une presse, lesdits organes étant portés à la température prédéterminée, et ;
- on comprime et on met en forme ledit tourteau de plante oléagineuse entre les deux organes complémentaires de pressage de la presse à la pression prédéterminée.

6/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la pression prédéterminée est comprise entre 50 kgf/cm<sup>2</sup> et 350 kgf/cm<sup>2</sup>.

7/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la température prédéterminée est comprise entre 150°C et 200°C.

8/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'on réalise un traitement de surface du matériau solide dans lequel on enduit au moins une partie de surface du matériau solide avec une quantité de l'émulsion stable.

9/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'on réalise un traitement de surface du matériau solide dans lequel on enduit au moins une partie de surface du matériau solide avec une quantité du (des) corps gras de l'émulsion stable.

10/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'il est adapté pour permettre le traitement d'une composition de plante oléagineuse entière et sa transformation en :

- un matériau solide présentant :

- 25           ○ une masse volumique supérieure à 0,9 kg/ℓ, notamment comprise entre 0,9 kg/ℓ et 1,2 kg/ℓ et ;
- une valeur de résistance à la rupture en flexion supérieure à 14,4 MPa - mesurée selon la norme NF EN 310 après conditionnement du matériau solide dans une enceinte climatique à la température de 25°C et sous une humidité relative de l'ordre de 52,5% de façon que sa
- 30           teneur en humidité soit comprise entre 4,5% et 5,5%.



11/ Matériau solide obtenu par un procédé selon l'une des revendications 1 à 10, constitué d'au moins une partie des constituants d'une composition de plante oléagineuse comprenant au moins un corps gras, caractérisé en ce que ledit matériau solide :

- 5                                    -présente une résistance à la rupture en flexion mesurée - selon la norme NF EN 310 - sur un tel matériau solide présentant une teneur en humidité comprise entre 4,5% et 5,5%, supérieure à 14,4 MPa, et en ce qu'il ;
- comprend une proportion massique du(des) corps gras inférieure à 7,78%.

10                                    12/ Matériau solide selon la revendication 11, caractérisé en ce qu'il est sensiblement exempt de composé synthétique.

   13/ Utilisation d'un matériau solide selon l'une des revendications 11 ou 12 pour la fabrication d'ustensiles biodégradables.

15



## RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

N° d'enregistrement  
national

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

FA 747913  
FR 1004554

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	EP 1 588 815 A1 (UNIV PICARDIE [FR]; INST TECH DU LIN [FR]) 26 octobre 2005 (2005-10-26) * alinéas [0013] - [0041] *	1,11,13	C11B1/08
A	DE 43 26 819 A1 (KRAEUTNER GEORG [DE]) 16 février 1995 (1995-02-16) * colonne 1, ligne 34 - colonne 2, ligne 22 *	1,11,13	
A,D	EP 0 997 513 A1 (TOULOUSAINNE DE RECH ET DE DEV [FR]) 3 mai 2000 (2000-05-03) * alinéas [0017] - [0032] *	1,3	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			D21J D21H
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
12 juillet 2011		Maisonnier, Claire	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
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 bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ..... & : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1004554 FA 747913**

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

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **12-07-2011**

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

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 1588815	A1	26-10-2005	AT 480376 T FR 2869254 A1	15-09-2010 28-10-2005
-----				
DE 4326819	A1	16-02-1995	AUCUN	
-----				
EP 0997513	A1	03-05-2000	AT 261481 T DE 69915429 D1 DE 69915429 T2 ES 2217703 T3 FR 2785288 A1	15-03-2004 15-04-2004 17-02-2005 01-11-2004 05-05-2000
-----				