



**HAL**  
open science

## Procédé de fabrication d'un matériau solide éco-compatible et matériau solide éco-compatible obtenu

Antoine Rouilly, Luc Rigal, Virginie Vandebossche

### ► To cite this version:

Antoine Rouilly, Luc Rigal, Virginie Vandebossche. Procédé de fabrication d'un matériau solide éco-compatible et matériau solide éco-compatible obtenu. N° de brevet: 2967690. 2010. hal-02810707

**HAL Id: hal-02810707**

**<https://hal.inrae.fr/hal-02810707v1>**

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 :

2 967 690

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national :

10 04556

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 POLYTECHNI-  
QUE DE TOULOUSE Etablissement public — FR et  
THEGREENFACTORY — FR.

⑦2 Inventeur(s) : ROUILLY ANTOINE, RIGAL LUC et  
VANDENBOSSCHE VIRGINIE.

⑦3 Titulaire(s) : INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE  
DE TOULOUSE Etablissement public, THEGREEN-  
FACTORY.

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

⑤4 PROCÉDE DE FABRICATION D'UN MATERIAU SOLIDE ECO-COMPATIBLE ET MATERIAU SOLIDE ECO-COMPATIBLE OBTENU.

⑤7 L'invention concerne un procédé de moulage d'un  
matériau solide, dit matériau éco-compatible, dans lequel:

- on choisit une matière organique solide comprenant au  
moins un composé choisi dans le groupe formé des poly-  
saccharides et des polypeptides, ladite matière organique  
solide présentant un taux d'humidité inférieur à 12%, puis;

- on soumet cette matière organique solide à une étape  
de moulage dans laquelle on place ladite matière organique  
solide dans un moule et on compresse la matière organique  
solide à une température prédéterminée et à une pression  
prédéterminée;

caractérisé en ce que la température prédéterminée et  
la pression prédéterminée sont adaptées pour permettre  
une diminution du volume spécifique de la matière organi-  
que solide à masse sensiblement constante.

FR 2 967 690 - A1



## PROCÉDÉ DE FABRICATION D'UN MATÉRIAU SOLIDE ÉCO-COMPATIBLE ET MATÉRIAU SOLIDE ÉCO-COMPATIBLE OBTENU

L'invention concerne un procédé de fabrication d'un matériau solide éco-compatible et un matériau solide éco-compatible. Dans toute la suite on entend par « matériau éco-compatible » un matériau satisfaisant les principes environnementaux de développement durable, c'est-à-dire un matériau visant, pour sa fabrication, à limiter les émissions de matières polluantes pour l'environnement -notamment des gaz à effet de serre- et à favoriser l'utilisation de ressources renouvelables au détriment de l'utilisation de ressources fossiles.

Un tel procédé de fabrication d'un matériau solide éco-compatible trouve ses applications dans le domaine de la fabrication de matériaux recyclables, qui ne produisent pas, pour leur transformation, de sous-produits qui sont des déchets non transformables et nécessitant un stockage ou un retraitement approprié.

Un tel procédé de fabrication d'un matériau solide éco-compatible trouve aussi ses applications dans le domaine de la valorisation diversifiée des ressources végétales -en particulier, mais pas exclusivement, agricoles- et satisfait les dispositions prises par l'Union Européenne visant à concilier le travail agricole et la préservation de l'environnement (Politique Agricole Commune, PAC).

On connaît déjà des procédés de fabrication de matériaux solides dans lesquels on utilise une matière végétale.

Dans un premier type de solution connue (Takahashi et al., (2010), *Holzforschung*, 84, 229-234), des copeaux de bois de hêtre sont traités par de la vapeur d'eau -à une température comprise entre 160°C et 220°C- pendant une durée de 20 min. Les copeaux de bois de hêtre ainsi obtenus sont ensuite séchés, puis broyés et sélectionnés pour obtenir une fraction de particules de granulométrie comprise entre 90 µm et 250 µm. Le taux d'humidité de la farine de bois de hêtre obtenue est ensuite ajusté à une valeur de 3% et ladite farine est compressée sous une pression de 30 MPa à la température de 180°C pendant 10 min.

Un tel procédé est limité dans ses applications au traitement de copeaux de bois de hêtre. Il est en outre complexe dans sa mise en œuvre et nécessite l'utilisation d'un autoclave de production de vapeur d'eau et de traitement des copeaux de bois de hêtre dans ladite vapeur d'eau. Un tel procédé de traitement de copeaux de bois de hêtre génère, lors du traitement à la vapeur, un extrait aqueux de composés -notamment de composés phénoliques- issus du bois qui nécessite son traitement dans des installations spécialisées avant son rejet final.

En outre, un tel procédé de traitement de copeaux de bois de hêtre ne permet pas de conserver la couleur initiale des copeaux de bois de hêtre et est limité dans ses applications à la production de panneaux de couleur foncée ou sombre.

EP 0 987 089 décrit un procédé de traitement d'un tourteau de tournesol ou de colza présentant un taux pondéral d'hydratation compris entre 5% et 55% dans lequel on réalise une étape de moulage par compression à une pression comprise entre 15 et 25 MPa et de chauffage à une température comprise entre 130°C et 200°C. Un tel traitement de moulage par compression ne permet pas une diminution du volume spécifique du tourteau de tournesol ou de colza à masse constante.

On connaît aussi de WO 2009/072686 un procédé de fabrication d'un container biodégradable jetable dans lequel on mélange une poudre végétale brute -notamment une poudre de granulométrie comprise entre 70 et 120 Mesh obtenue par broyage d'un matériau choisi parmi la menue-paille, la sciure, la pulpe, la paille-, de l'amidon, des fibres de palme, de la résine de mélamine-formaldéhyde (MF) et de l'eau. Dans un tel procédé, on verse ensuite le mélange coulant obtenu dans un moule puis on soumet le mélange à une succession d'étapes de compression à une température comprise entre 150 et 155°C. Un tel procédé nécessite l'addition de mélamine qui est un composé de synthèse et qui n'est donc pas un composé d'origine végétale. En outre, dans un tel procédé, il est nécessaire d'ajouter de l'eau aux matériaux solides de façon à former une composition coulante adaptée pour pouvoir être versée dans un moule.

L'invention vise à pallier les inconvénients précédemment évoqués en proposant un procédé de fabrication d'un matériau solide éco-compatible adapté pour permettre la valorisation de ressources végétales -notamment issues de l'agriculture-.

5 L'invention vise en particulier un procédé de fabrication d'un matériau solide éco-compatible dans lequel on n'utilise que des matières premières d'origine naturelle -notamment des matières premières naturelles végétales- à l'exclusion de tout autre matière non naturelle -notamment de matières synthétiques, en particulier dérivées de ressources fossiles-.

10 L'invention vise en particulier un tel procédé dans lequel on choisit -notamment on récolte- une matière première issue de l'agriculture et on soumet directement ladite matière première -c'est-à-dire sans aucune étape préalable de préparation d'une composition coulante contenant ladite matière première- à une compression adaptée pour former un matériau éco-compatible.

15 L'invention vise également à proposer un procédé de fabrication d'un matériau éco-compatible qui ne nécessite pas l'utilisation de composés toxiques pour la santé humaine ou pour l'environnement.

L'invention vise en outre un tel procédé qui soit simple dans sa mise en œuvre.

20 L'invention vise également à proposer un matériau éco-compatible obtenu par un tel procédé qui présente des propriétés mécaniques améliorées par rapport aux matériaux biodégradables de l'état de la technique.

L'invention vise également à atteindre tous ces objectifs à moindre coût, en proposant un procédé de fabrication d'un matériau éco-compatible  
25 de faible coût de revient.

L'invention vise également en plus particulièrement à proposer une telle solution qui satisfasse les critères du développement durable, de la sécurité environnementale et du développement économique.

Pour ce faire, l'invention concerne un procédé de fabrication  
30 d'un matériau solide, dit matériau éco-compatible, dans lequel :

- on choisit une matière organique solide comprenant au moins un composé choisi dans le groupe formé des polysaccharides et des polypeptides, ladite matière organique solide présentant un taux d'humidité inférieur à 12% -notamment compris entre 5% et 10%- puis ;

5 - on soumet cette matière organique solide à une étape de moulage dans laquelle on place ladite matière organique solide dans un moule et on compresse la matière organique solide à une température prédéterminée et à une pression prédéterminée ;

caractérisé en ce que la température prédéterminée et la pression prédéterminée sont  
10 adaptées pour permettre une diminution du volume spécifique de la matière organique solide à masse sensiblement constante.

Dans toute la suite l'expression « taux d'humidité » de la matière organique solide désigne le rapport multiplié par 100 entre la masse d'eau contenue dans la matière organique solide et la masse totale de ladite matière  
15 organique solide. En pratique, on détermine le taux d'humidité de la matière organique solide en réalisant successivement une pesée de la matière organique solide naturelle à l'équilibre dans l'air atmosphérique à la pression et à la température ambiantes et une pesée de la matière organique, dite matière organique  
20 sèche, solide naturelle sensiblement séchée à une température de l'ordre de 103°C pendant une durée nécessaire pour obtenir une masse sensiblement constante de ladite matière organique solide.

Avantageusement, on place la matière organique solide dans un moule dans lequel la matière organique solide est maintenue lors de l'étape de moulage de façon à présenter une aire de surface exposée sensiblement constante. Il  
25 est possible que le moule soit un moule présentant une surface de pressage sensiblement plane et adapté pour permettre la fabrication de plaques de matériau éco-compatible en deux dimensions. Il est aussi possible que le moule soit un moule adapté pour permettre la fabrication de formes non planes de matériau éco-compatible en trois dimensions et/ou en relief.

30 Avantageusement, la matière organique solide comprend au moins un composé choisi dans le groupe formé des protéines végétales.

Avantageusement, la matière organique solide comprend au moins un composé choisi dans le groupe formé, à titre de protéine végétale, de la cellulose, des hémicelluloses, des pectines, des substances pectiques, de la chitine et du chitosan.

5 Avantageusement, la matière organique solide comprend au moins un composé choisi dans le groupe formé des albumines, des globulines, des prolamines et des glutélines.

Avantageusement, la matière organique solide comprend au moins un composé choisi dans le groupe formé de la caséine, du collagène et de la  
10 kératine.

Dans un procédé selon l'invention, la matière organique solide est une matière première organique végétale. Selon l'invention, une matière première est une matière que l'homme est susceptible d'extraire de la nature -notamment de récolter-, c'est-à-dire une ressource naturelle. Il peut aussi s'agir  
15 d'une matière produite dans la nature et utilisée pour la production de matériaux éco-compatibles.

Il peut aussi s'agir d'une matière première organique animale.

Dans un procédé selon l'invention, la matière organique solide peut être constituée exclusivement de molécules organiques constituées d'atomes  
20 choisis dans le groupe formé de l'atome de carbone, de l'atome d'hydrogène, de l'atome d'oxygène, de l'atome d'azote majoritaires et, le cas échéant, de l'atome de soufre et de l'atome de phosphore minoritaires et de minéraux sous forme cationique ou anionique.

En particulier, la matière organique solide est une matière  
25 d'origine naturelle, c'est-à-dire qui est disponible dans la nature sans nécessiter pour son obtention d'aucune étape de synthèse chimique ou de transformation chimique nécessitant une intervention humaine. Avantageusement, on choisit à titre de matière organique solide, un produit ou un sous produit issu de l'agriculture ou de l'élevage. En particulier, on choisit à titre de matière organique solide, un déchet  
30 non valorisé issu de l'agriculture ou de l'élevage.

Avantageusement, la matière organique solide est à l'état divisé. En particulier, la matière organique solide est une matière hétérogène formée d'au moins un composé polymère choisi dans le groupe formé des polysaccharides et des polypeptides.

5                   Avantageusement, dans un procédé selon l'invention, il est possible de choisir une matière organique solide présentant, à l'équilibre avec l'atmosphère environnante -notamment dans une atmosphère d'humidité contrôlée à sensiblement 60%-, un taux d'humidité compris entre 0% et 6%. Une telle matière organique solide est notamment choisie dans le groupe formé des matières  
10 organiques formées essentiellement de cellulose.

                  Avantageusement, dans un procédé selon l'invention, il est aussi possible de choisir une matière organique solide présentant, à l'équilibre avec l'atmosphère environnante -notamment dans une atmosphère d'humidité contrôlée à sensiblement 60%-, un taux d'humidité compris entre 6% et 10%. Une telle matière  
15 organique solide naturelle est préférentiellement choisie dans le groupe formé des composés ligno-cellulosiques composés essentiellement de lignine, de cellulose et d'hémicelluloses.

                  Avantageusement, dans un procédé selon l'invention, il est en outre possible de choisir une matière organique solide présentant, à l'équilibre avec  
20 l'atmosphère environnante -notamment dans une atmosphère d'humidité contrôlée à sensiblement 60%-, un taux d'humidité compris entre 10% et 12%. Une telle matière organique solide est préférentiellement choisie dans le groupe formé des matières riches en polysaccharides -à l'exception de la cellulose cristalline-, notamment des farines de céréales, de la pulpe de betterave, des farines de  
25 protéagineuses (pois, féveroles) ou autres.

                  Avantageusement, dans un procédé selon l'invention, il est possible d'ajuster le taux d'humidité de la matière organique solide par séchage doux à une température comprise entre 40°C et 80°C, en particulier de l'ordre de 60°C.

A titre d'exemple non limitatif, la matière organique solide peut être une production végétale issue de l'agriculture, de l'aquaculture -en particulier de l'algoculture- ou de la sylviculture.

5 Dans le cas d'une production végétale issue de l'agriculture, il peut s'agir de productions végétales agricoles, qui sont récoltées et utilisées directement comme matière organique solide dès lors que leur taux d'humidité est inférieur à 12%. Cependant, il peut aussi s'agir de sous produits de l'agriculture, obtenus par transformation mécanique d'une production végétale agricole, tels que des tourteaux de plantes oléagineuses -cultivées par l'homme ou à l'état sauvage- et  
10 obtenus par extraction de l'huile desdites plantes oléagineuses. Avantagement, la matière organique solide est issue directement ou par transformation d'une plante choisie dans le groupe formé des plantes annuelles et des plantes bisannuelles, c'est-à-dire de plantes dont le cycle de développement (de la germination d'une graine à la formation d'une graine « fille ») s'étend sur une ou deux années.

15 Dans le cas d'une production végétale issue de l'agriculture, la matière organique solide peut être une plante spécialement cultivée pour pouvoir être récoltée et utilisée dans un procédé de fabrication d'un matériau éco-compatible. Il peut aussi s'agir d'un sous produit issu de l'agriculture, provenant d'une fraction usuellement non valorisée d'une plante cultivée. Dans ce cas, ledit  
20 sous produit issu de l'agriculture peut être récolté lors de la récolte de ladite culture ou ultérieurement à la récolte de la fraction valorisée de la plante cultivée.

Il peut cependant aussi s'agir d'un sous produit agricole susceptible de pouvoir être collecté lors d'une étape ultérieure de traitement et/ou d'extraction de ladite fraction valorisée de la plante cultivée.

25 La matière organique solide peut être formée de tout ou partie -notamment de la partie aérienne- d'au moins une plante oléagineuse choisie dans le groupe formé du colza, du tournesol, du lin, du soja, du ricin, de l'arachide, du sésame, du coton, du crambe, du chanvre, du jatropha et du margousier (*Azadirachta indica*) ou « neem ».

30 Il peut aussi s'agir de déchets produits par l'industrie agro-alimentaire à partir d'une production végétale agricole -tels que des parties non

valorisées de plantes- par exemple des restes (tiges et feuilles) des plants de maïs doux après récolte des épis et des rafles et spathes obtenues après séparation et découpe des ou des tourteaux de maïs obtenus après séparation des grains des épis de maïs.

5 La matière organique solide peut être formée de tout ou partie d'une plante vivace, c'est-à-dire d'une plante dont le cycle de vie s'étend sur plus de deux années.

La matière organique solide peut aussi comprendre ou être formée de noyaux -notamment de noyaux d'olive (*Olea europaea*)-, de coques de 10 noix (*Juglans regia*), de fèves de cacao (*Theobroma cacao*), de pépins de pomme, de noyaux de prunes et de noyaux de fruits utilisés dans la fabrication de jus de fruits, de rafles de raisin.

En particulier, la matière organique solide peut être une matière ligno-cellulosique. Par matière ligno-cellulosique, on entend toute matière 15 naturelle comprenant une proportion de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Le composé polymère de la matière organique solide peut être de la cellulose -notamment du coton-.

La matière organique solide provenant de la sylviculture peut être un déchet -notamment des copeaux ou de la sciure- de bois de l'exploitation 20 forestière.

La matière organique solide peut aussi être formée de cellulose susceptible d'être utilisée dans l'industrie du papier ou d'un déchet papetier en vue de son recyclage.

La matière organique solide provenant de la sylviculture ou de 25 l'agriculture peut être choisie dans le groupe formé des matières ligno-cellulosiques à l'état divisé -notamment de granulométrie moyenne de l'ordre de 5 mm- issues en particulier, mais non exclusivement, du défibrage de bois, de chanvre (chènevotte), de lin (anas) ou du broyage de rafles de maïs.

La matière organique solide peut aussi être une production 30 d'origine animale à base de kératine comme la laine -notamment la laine brute ou la laine cardée- par exemple la laine de mouton, la laine de chèvre (mohair), la laine

de lapin (angora), la laine de lama, la laine d'alpaga, la laine de guanaco, la laine de chameau et la laine de yack. La matière organique solide peut aussi être une production d'origine animale à base de kératine comme les plumes de poule, de canard, d'oie ou comme les sabots et les cornes de mammifères.

5 La matière organique solide peut aussi être formée de restes de la peau d'un animal -notamment d'un mammifère supérieur (bovin et porc)- issue d'une étape de préparation préalable au tannage des peaux dans l'industrie du cuir. Il est aussi possible que la matière organique solide soit un fragment d'une pièce de cuir obtenu par tannage d'une peau d'un tel animal.

10 La matière organique solide peut aussi être choisie dans le groupe formé des déchets ou sous-produits de l'industrie agro-alimentaire -notamment des déchets organiques de l'industrie poissonnière-.

Dans un procédé selon l'invention, il est possible de mélanger une pluralité de matières organiques solides distincte et de soumettre ce mélange à  
15 l'étape de moulage.

Dans un procédé selon l'invention, il est possible de choisir une telle matière organique solide présentant un taux d'humidité inférieur à 12%, et de mélanger cette matière organique solide avec une charge d'un solide à l'état divisé non organique -notamment une charge minérale-. Le matériau éco-  
20 compatible formé par un procédé selon l'invention à partir de la matière organique solide inclut ladite charge solide à l'état divisé.

Dans un procédé de fabrication d'un matériau solide éco-compatible, on choisit au moins une matière organique solide et on soumet celle-ci directement à une compression sans ajout préalable d'eau et de formation d'une  
25 pâte plastique.

Dans un procédé de fabrication d'un matériau solide éco-compatible, on réalise ladite compression de la matière organique solide en conservant la masse de ladite matière organique solide.

Dans un procédé de fabrication d'un matériau solide éco-compatible, on réalise ladite compression de la matière organique solide en  
30 conservant sensiblement la masse de ladite matière organique solide. Le terme

sensiblement signifie que dans un procédé selon l'invention, la matière organique solide est susceptible de perdre une quantité minimale d'eau.

L'invention consiste donc à proposer un procédé de transformation d'une matière organique solide présentant un taux d'humidité inférieur à 12% en un matériau solide présentant des propriétés de résistance mécanique améliorées par rapport aux matériaux solides obtenus à partir d'une matière solide de l'état de la technique.

Avantageusement, dans un tel procédé de fabrication d'un matériau solide éco-compatible, il n'est pas nécessaire de mélanger la matière organique solide avec de l'eau. En effet, dans un tel procédé on soumet directement la matière organique solide de taux d'humidité inférieur à 12% à une étape de thermo-compression pendant une durée prédéterminée et adaptée pour former un matériau éco-compatible. Cependant, dans un procédé selon l'invention, il est possible de procéder à une humidification de la matière organique solide préalablement à l'étape de thermo-compression de façon à ajuster le taux d'humidité de la matière organique solide à une valeur adaptée pour réaliser ladite thermo-compression.

Les inventeurs ont constaté qu'il est possible de transformer une matière organique solide en un tel matériau éco-compatible sans nécessiter l'addition d'un liant synthétique -notamment d'un liant non végétal, en particulier obtenu à partir de ressources fossiles non renouvelables-.

En variante, les inventeurs ont constaté qu'il est possible de transformer une composition comprenant une telle matière organique solide en un matériau éco-compatible selon l'invention.

Les inventeurs ont observé que de façon totalement surprenante, le traitement en compression d'une matière organique solide présentant un taux d'humidité inférieur à 12% à une pression et une température prédéterminées conduit, contrairement aux traitements en compression de matières végétales de taux d'humidité supérieur à 20%, à une densification de la matière organique solide sans perte de masse (à l'exception d'une quantité d'eau minimale) et

à la formation du matériau éco-compatible et présentant des propriétés mécaniques améliorées.

Les inventeurs supposent que cette densification de la matière organique solide à masse sensiblement constante résulte d'un écrasement de ladite matière organique solide, conjugué avec une réorganisation moléculaire des constituants -notamment des constituants polypeptidiques et polysaccharidiques, en particulier pectiques et hémicellulosiques- de ladite matière organique solide à la température et à la pression prédéterminées. Un tel écrasement et une telle réorganisation moléculaire simultanés conduiraient à la formation *in situ* d'un liant endogène de la matière solide conférant à la matière solide, après détente et refroidissement, les propriétés mécaniques du matériau éco-compatible.

Avantageusement, il est à noter que dans un tel procédé de fabrication d'un matériau solide éco-compatible selon l'invention, il est possible de mélanger la matière organique solide avec au moins un extrait végétale choisi dans le groupe formé de l'amidon, de fibres d'origine végétale, d'isolats protéiques -notamment d'isolats protéiques extraits de plantes oléagineuse, en particulier du soja, du tournesol et du colza ou de plantes protéagineuses, en particulier du pois, de fèves ou autres-.

Avantageusement et selon l'invention, la matière organique solide comprend une fraction massique de lignine inférieure à 0,25 -notamment inférieure à 0,20-. On mesure la proportion massique de lignine contenue dans la matière organique solide par des moyens connus de l'homme du métier en particulier par la méthode par solubilisation séquentielle de Van Soest et référencée selon la norme ISO 13906 :2008.

Avantageusement et selon l'invention, la matière organique solide comprend une fraction massique de polysaccharides -notamment d'holocellulose- supérieure à 50%. On mesure la fraction massique de polysaccharides contenus dans la matière organique solide par des moyens connus de l'homme du métier en particulier par la méthode au détergent de Van Soest (norme ISO 13906 2008).

Avantageusement et selon l'invention, le produit de la fraction massique de cellulose et de la fraction massique de lignine de la matière organique solide est inférieur à 0,125.

Avantageusement, dans un tel procédé selon l'invention, on  
5 utilise une matière organique solide n'ayant subi, entre la récolte de ladite ressource organique et l'étape de thermo-moulage, aucun traitement chimique -notamment aucun traitement par la vapeur d'eau-. Dans un tel procédé selon l'invention, il est cependant possible de réaliser, le cas échéant, un traitement de réduction de la granulométrie de la ressource organique -notamment un traitement  
10 par broyage- préalablement à l'étape de thermo-moulage.

Avantageusement et selon l'invention, le matériau éco-compatible présente une masse volumique supérieure à 1,28 g/cm<sup>3</sup>.

Avantageusement et selon l'invention, la pression prédéterminée est supérieure à 30 MPa -notamment comprise entre 35 MPa et  
15 200 MPa, particulièrement comprise entre 40 MPa et 150 MPa- préférentiellement comprise entre 50 MPa et 100 MPa.

Avantageusement et selon l'invention, la température prédéterminée est comprise entre 90°C et 200°C, notamment comprise entre 120°C et 180°C, préférentiellement comprise entre 150°C et 160°C.

Avantageusement, la température prédéterminée est comprise  
20 entre 160°C et 180°C.

Avantageusement, la température prédéterminée est comprise entre 120°C et 140°C.

Dans une première variante d'un procédé selon l'invention,  
25 pour l'étape de moulage, on réalise un thermopressage d'une matière organique solide. Avantageusement, dans cette première variante, on place une quantité de matière organique solide entre les deux parties complémentaires (mâle/femelle) d'un moule plan s'étendant entre les plateaux d'une presse hydraulique et on réalise ladite compression de la matière organique solide en exerçant une force de rapprochement relatif des plateaux adaptée pour écraser la matière organique solide  
30 et exercer sur celle-ci une pression prédéterminée. Simultanément, on porte la

matière organique solide à une température prédéterminée. On obtient un objet sensiblement plan formé du matériau éco-compatible.

Dans une deuxième variante d'un procédé selon l'invention, pour l'étape de moulage, on réalise un thermoformage d'une matière organique solide. Avantageusement, dans cette deuxième variante, on place une quantité de matière organique solide entre deux moules de formes complémentaires non planes et on réalise ladite compression de la matière organique solide en exerçant une force de rapprochement relatif des deux moules de formes complémentaires adaptée pour écraser la matière organique solide et exercer sur celle-ci une pression prédéterminée. Simultanément, on porte la matière organique solide à une température prédéterminée. On réalise un objet en matériau éco-compatible de forme complexe s'étendant en volume.

Avantageusement et selon l'invention, la diminution du volume spécifique de la matière organique solide à la pression et à la température prédéterminées est supérieure à 5%.

Avantageusement et selon l'invention, on réalise l'étape de moulage directement à partir de la matière organique solide sans aucune étape additionnelle de séchage de la matière organique solide ni d'addition d'eau à la matière organique solide.

Avantageusement et selon l'invention, lors de l'étape de moulage :

- on choisit un moule de thermo-pressage formé de deux parties complémentaires l'une de l'autre et coadaptée l'une à l'autre, puis ;
- on porte les deux parties complémentaires du moule à la température prédéterminée, puis ;
- on place la matière organique solide dans ledit moule entre les deux parties complémentaires, puis ;
- on exerce la compression de la matière organique solide à la pression prédéterminée et pendant une durée, dite durée de pressage, prédéterminée et adaptée pour permettre une diminution du volume spécifique de la matière organique solide à masse sensiblement constante.

Avantageusement et selon l'invention, la durée de pressage est inférieure à 15 min, notamment comprise entre 1 min et 10 min, particulièrement comprise entre 1 min et 5 min.

Avantageusement et selon l'invention, préalablement au traitement de thermo-compression, on réalise une étape de réduction -notamment par broyage mécanique- de la granulométrie de la matière organique solide.

Avantageusement et selon l'invention, préalablement au traitement de thermo-compression, on réalise une étape de densification de la matière organique solide adaptée pour permettre un remplissage facilité du moule. On réalise cette étape de densification avec tout moyen connu de l'homme du métier, notamment avec une presse à granulés ou une pastilleuse.

Avantageusement et selon l'invention, on ne réalise aucune étape d'addition ni de retranchement volontaire d'eau à/de ladite matière organique solide.

L'invention s'étend par ailleurs à un matériau solide, dit matériau éco-compatible, d'origine naturelle, caractérisé en ce qu'il présente au moins l'une des caractéristiques ci-après :

- une fraction massique de lignine inférieure à 0,25 -notamment inférieure à 0,20- ;
- une masse volumique comprise entre 1,25 g/cm<sup>3</sup> et 1,7 g/cm<sup>3</sup> -notamment comprise entre 1,3 g/cm<sup>3</sup> et 1,5 g/cm<sup>3</sup> ;
- un module de flexion supérieur à 3 GPa -notamment compris entre 4 GPa et 8 GPa ;
- une résistance à la rupture en flexion sensiblement supérieure à 30 MPa -notamment comprise entre 30 MPa et 60 MPa-, préférentiellement compris entre 50 MPa et 55 MPa.

On réalise les mesures de module en flexion et de résistance à la rupture dans les conditions définies selon la norme NF EN ISO 178.

L'invention s'étend aussi à un tel matériau éco-compatible obtenu par un procédé selon l'invention.

Avantageusement et selon l'invention, le matériau éco-

compatible présente une fraction massique de polysaccharide supérieure à 0,50.

Avantageusement et selon l'invention, le produit de la fraction massique de cellulose et de la fraction massique de lignine dudit matériau éco-compatible est inférieur à 0,125.

5                   Avantageusement et selon l'invention, le matériau éco-compatible est exempt de liant thermoplastique synthétique non végétal.

Avantageusement et selon l'invention, le matériau éco-compatible présente une couleur sensiblement identique à la matière organique solide initiale.

10                   L'invention concerne également un procédé et un matériau éco-compatible caractérisés en combinaison par tout ou partie des caractéristiques mentionnées ci-dessus ou ci-après.

D'autres buts, caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de la description suivante qui se réfère aux figures annexées  
15                   représentant des modes de réalisation préférentiels de l'invention, donnés uniquement à titre d'exemples non limitatifs, et dans lesquelles :

- la figure 1 est une représentation de la variation de la volume massique ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) de trois échantillons -présentant un taux de 100%, 92% et 80% de matière sèche- en fonction de la température ( $^{\circ}\text{C}$ ) lors de la mise en œuvre  
20                   d'un procédé selon l'invention ;

- la figure 2 est une représentation de la variation du volume massique ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) de trois échantillons soumis à une pression de l'ordre de 500 bars (50 MPa), de l'ordre de 1000 bars (100 MPa) et de l'ordre de 1600 bars (160 MPa) en fonction de la température (T,  $^{\circ}\text{C}$ ) lors de la mise en œuvre d'un procédé selon  
25                   l'invention.

#### EXEMPLE 1 – Thermo-moulage de protéines de tournesol

On place 5,2 g d'un extrait de protéines de graines de tournesol en poudre présentant un taux de matière sèche de 90% dans trois des quatre empreintes d'un moule rigide d'une thermo-presse (MAPA 50, PEI, Pinette  
30                   Emidecau Industries, Chalon sur Saône, France) adapté pour la réalisation d'éprouvettes. Les dimensions (L x  $\ell$ ) de chaque empreinte sont de 80 mm x

10 mm. On chauffe les plaques de la thermo-presse jusqu'à une valeur de température prédéterminée de 162°C. Lorsque la température des plaques de la thermo-presse a atteint la température prédéterminée, on applique sur les plaques de la presse une pression croissante de façon à atteindre une valeur stable de 41 MPa.

5 On maintient cette pression pendant une durée de 12 min puis on relâche progressivement la pression jusqu'à la pression atmosphérique dans des conditions adaptée pour ne pas engendrer l'explosion de l'objet moulé dans le moule rigide. On extrait le moule de la thermo-presse et on procède au démoulage des éprouvettes.

10 On place les éprouvettes ainsi formées dans une enceinte thermo-staée maintenue à la température de 25°C et sous un taux d'humidité atmosphérique de 60% pendant 14 jours. L'épaisseur des éprouvettes obtenues est de 4 mm. Les éprouvettes de matériau solide selon l'invention présentent une masse volumique de 1,287 g/cm<sup>3</sup>, un module de flexion trois points (mesuré selon la norme NF EN ISO 178) de 4,23 GPa et une résistance à la rupture en flexion  
15 (mesurée selon la norme NF EN ISO 178) de 37,4 MPa.

#### EXEMPLE 2 – Thermo-moulage d'un tourteau de tournesol

De façon identique au procédé décrit l'exemple 1, on place 5,2 g de tourteau de tournesol dont la granulométrie moyenne a été ajustée par  
20 broyage à une valeur de 2 mm et présentant un taux de matière sèche de 93% dans trois des quatre empreintes d'un moule rigide de la thermo-presse. La température prédéterminée des plateaux de la presse est de 160°C et la pression à l'équilibre exercée est de 35 MPa. On maintient cette pression à l'équilibre pendant une durée de 12 min.

25 Après conditionnement des éprouvettes à la température de 25°C et sous un taux d'humidité atmosphérique de 60% pendant 14 jours, on obtient des éprouvettes de 4 mm d'épaisseur. Les éprouvettes de matériau solide selon l'invention présentent une masse volumique de 1,297 g/cm<sup>3</sup>, un module de flexion trois points de 3,31 GPa et une résistance à la rupture en flexion mesurée de  
30 29,4 MPa.

### EXEMPLE 3 – Thermo-moulage d' $\alpha$ -cellulose

On place 12 g d' $\alpha$ -cellulose (Sigma-Aldrich, Lyon, France) préalablement conditionnée dans une enceinte contenant une atmosphère d'humidité contrôlée (45%, 60% et 85%) dans un moule carré de dimension 50 mm x 50 mm d'une thermo-presse. On chauffe les plaques de la thermo-presse d'une valeur de 50°C jusqu'à une valeur de température prédéterminée de 150°C selon un gradient de température de 5°C/min sous une pression de 49 MPa. On relâche progressivement (1 MPa/sec) la pression jusqu'à la pression atmosphérique. On extrait le moule de la thermo-presse et on procède au démoulage de la plaque.

On place les plaques dans une enceinte thermostatée maintenue à la température de 25°C et sous un taux d'humidité atmosphérique de 60% pendant 14 jours. On découpe les plaques en forme d'éprouvettes de 10 mm de largeur. Les propriétés mécaniques des matériaux obtenus sont données dans le tableau 1 ci-après.

Humidité de l'enceinte, %	Humidité relative de la cellulose, %	Masse volumique, g/cm <sup>3</sup>	Module de flexion, GPa	Contrainte à la rupture en flexion, MPa
45	6,2	1,41	4,1	36,8
60	7,2	1,4	4,7	50,8
85	11,6	1,39	3,2	32,6

Tableau 1

### EXEMPLE 4 – Thermo-moulage de chènevotte

De façon identique au procédé décrit l'exemple 3, on place 12 g de chènevotte (bois de chanvre) de granulométrie moyenne de 0,25 mm dans un moule carré de 50 mm x 50 mm.

Le matériau solide obtenu présente une masse volumique de 1,40 g/cm<sup>3</sup>, un module de flexion trois points de 6,1 GPa et une résistance à la rupture en flexion de 49,8 MPa.

EXEMPLE 5 – Analyse (PVT) de la variation du volume de protéines de tournesol lors de l'accroissement de la température à pression constante

On prépare, comme écrit à l'exemple 1, trois extraits de protéines de graines de tournesol en poudre présentant respectivement un taux de matière sèche de 100%, 92% et 80%. On place successivement les trois poudres dans le piston d'un analyseur PVT (PVT 100, Thermo Electron, Karlsruhe, 5 Allemagne). On applique à ladite poudre une compression constante d'une valeur de 500 bars et on augmente la température d'une valeur initiale de 50°C à une valeur finale de l'ordre de 200°C. On mesure le volume massique ( $V$ , en  $\text{cm}^3/\text{g}$ ) de l'échantillon lors de cet accroissement thermique. Les résultats sont donnés en figure 1 dans laquelle la série de cercle plein (●) représente l'extrait à 100% de 10 masse sèche, la série de carré plein (■) représente l'extrait à 92% de masse sèche et la série de triangle plein (▲) représente l'extrait à 80% de masse sèche.

L'échantillon de taux de matière sèche de 100% présente une transition entre un état de volume massique élevé ( $1,07 \text{ cm}^3/\text{g}$ ) entre 50°C et 100°C et un état de compacté de volume massique diminué ( $0,8 \text{ cm}^3/\text{g}$ ) pour les valeurs de 15 température supérieures à 170°C. Cette transition est réalisée à masse constante, c'est-à-dire sans perte significative d'eau.

L'échantillon de taux de matière sèche de 92% présente une transition entre un état de volume massique élevé ( $0,95 \text{ cm}^3/\text{g}$  autour de 50°C) et un état de compacté de volume massique diminué ( $0,75 \text{ cm}^3/\text{g}$ ) pour les valeurs de 20 température supérieures à 90°C. Cette transition est réalisée à masse constante, c'est-à-dire sans perte significative d'eau.

Aucune transition de la valeur du volume massique (en  $\text{cm}^3/\text{g}$ ) de l'échantillon présentant un taux de matière sèche de 80% n'est observée dans cette expérience. Il est observé une augmentation modérée et constante du volume 25 massique (en  $\text{cm}^3/\text{g}$ ) de l'échantillon. Une poudre préparée à partir de protéines de graines de tournesol présentant un pourcentage de matière sèche de 80% ne présente pas une transition de son volume massique à masse constante.

EXEMPLE 6 – Analyse (PVT) de la variation du volume de protéines de tournesol lors de l'accroissement de la température pour différentes 30 pressions constantes : 500 bars (●, cercle plein), 1000 bars (■, carré plein) et 1600 bars (▲, triangle plein).

On prépare, comme écrit à l'exemple 1, un extrait de protéines de graines de tournesol en poudre présentant un taux de matière sèche de 94%. On réalise une analyse PVT d'un échantillon de cette poudre à une valeur de pression constante de 500 bars puis une analyse d'un second échantillon à 1000 bars et une analyse d'un troisième échantillon à 1600 bars. La température initiale de la chambre de compression est de 50°C. On accroit la température jusqu'à une valeur finale de l'ordre de 190°C. On mesure le volume massique ( $V$ , en  $\text{cm}^3/\text{g}$ ) de l'échantillon lors de cet accroissement thermique pour ces trois pressions. Les résultats sont donnés en figure 2.

10 Les valeurs de masse volumique ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) du matériau obtenu par analyse PVT sont données dans le tableau 2 ci-après :

	500 bars	1000 bars	1600 bars
60°C	1,44	1,57	1,64
100°C	1,52	1,63	1,65
140°C	1,57	1,64	1,66
180°C	1,58	1,62	1,64

Tableau 2

On observe qu'à température constante, le volume massique diminue lorsque la pression augmente. Plus la pression est élevée, plus la température à laquelle le volume minimal est atteint est faible : 175°C pour une pression de 500 bars, 130°C pour une pression de 1000 bars et 125°C pour une pression de 1600 bars.

## REVENDEICATIONS

1/ Procédé de fabrication d'un matériau solide, dit matériau éco-compatible, dans lequel :

5 - on choisit une matière organique solide comprenant au moins un composé choisi dans le groupe formé des polysaccharides et des polypeptides, ladite matière organique solide présentant un taux d'humidité inférieur à 12%, puis ;

10 - on soumet cette matière organique solide à une étape de moulage dans laquelle on place ladite matière organique solide dans un moule et on compresse la matière organique solide à une température prédéterminée et à une pression prédéterminée ;

caractérisé en ce que la température prédéterminée et la pression prédéterminée sont adaptées pour permettre une diminution du volume spécifique de la matière  
15 organique solide à masse sensiblement constante.

2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la pression prédéterminée est supérieure à 30 MPa.

3/ Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la température prédéterminée est comprise entre 90°C et  
20 200°C.

4/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la diminution du volume spécifique de la matière organique solide à la pression et à la température prédéterminées est supérieure à 5%.

5/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé  
25 en ce qu'on réalise l'étape de moulage directement à partir de la matière organique solide sans aucune étape additionnelle de séchage de la matière organique solide ni d'addition d'eau à la matière organique solide.

6/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que lors de l'étape de moulage :

30 - on choisit un moule de thermo-pressage formé de deux parties complémentaires l'une de l'autre et coadaptée l'une à l'autre, puis ;

- on porte les deux parties complémentaires du moule à la température prédéterminée, puis ;

- on place la matière organique solide dans ledit moule entre les deux parties complémentaires, puis ;

5 - on exerce la compression de la matière organique solide à la pression prédéterminée et pendant une durée, dite durée de pressage, prédéterminée et adaptée pour permettre une diminution du volume spécifique de la matière organique solide à masse sensiblement constante.

7/ Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que  
10 la durée de pressage est inférieure à 15 min.

8/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'on ne réalise aucune étape d'addition ni de retranchement volontaire d'eau à/de ladite matière organique solide.

9/ Matériau solide, dit matériau éco-compatible, obtenu par  
15 un procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il présente :

- une fraction massique de lignine inférieure à 0,25, et ;

- une masse volumique comprise entre  $1,25 \text{ g/cm}^3$  et  $1,7 \text{ g/cm}^3$  -notamment comprise entre  $1,3 \text{ g/cm}^3$  et  $1,5 \text{ g/cm}^3$ .

10/ Matériau éco-compatible selon la revendication 9,  
20 caractérisé en ce qu'il présente un module de flexion supérieur à 3 GPa.

11/ Matériau éco-compatible selon l'une des revendications 9 ou 10, caractérisé en ce qu'il présente une résistance à la rupture en flexion sensiblement supérieure à 30 MPa.

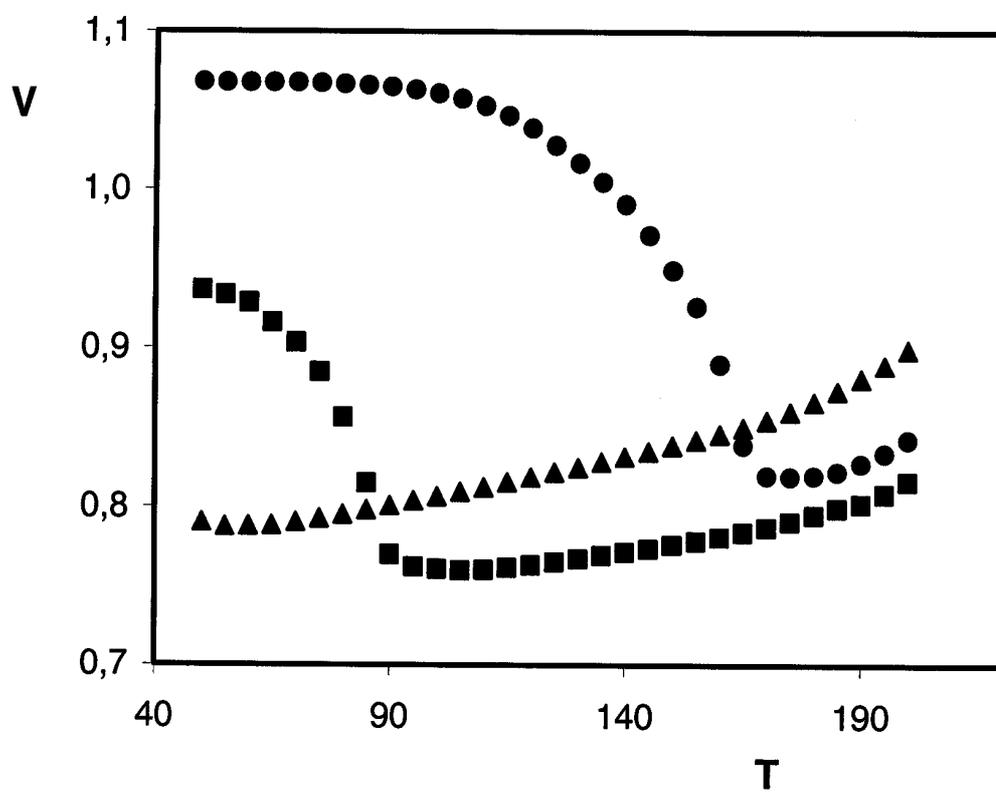
12/ Matériau éco-compatible selon l'une des revendications  
25 9 à 11, caractérisé en ce qu'il présente une fraction massique de polysaccharide supérieure à 0,50.

13/ Matériau éco-compatible selon l'une des revendications 9 à 12, caractérisé en ce qu'il est exempt de liant thermoplastique synthétique non végétal.

14/ Matériau éco-compatible selon l'une des revendications 9 à 13, caractérisé en ce qu'il présente une couleur sensiblement identique à une matière organique solide selon l'une des revendications 1 à 8.

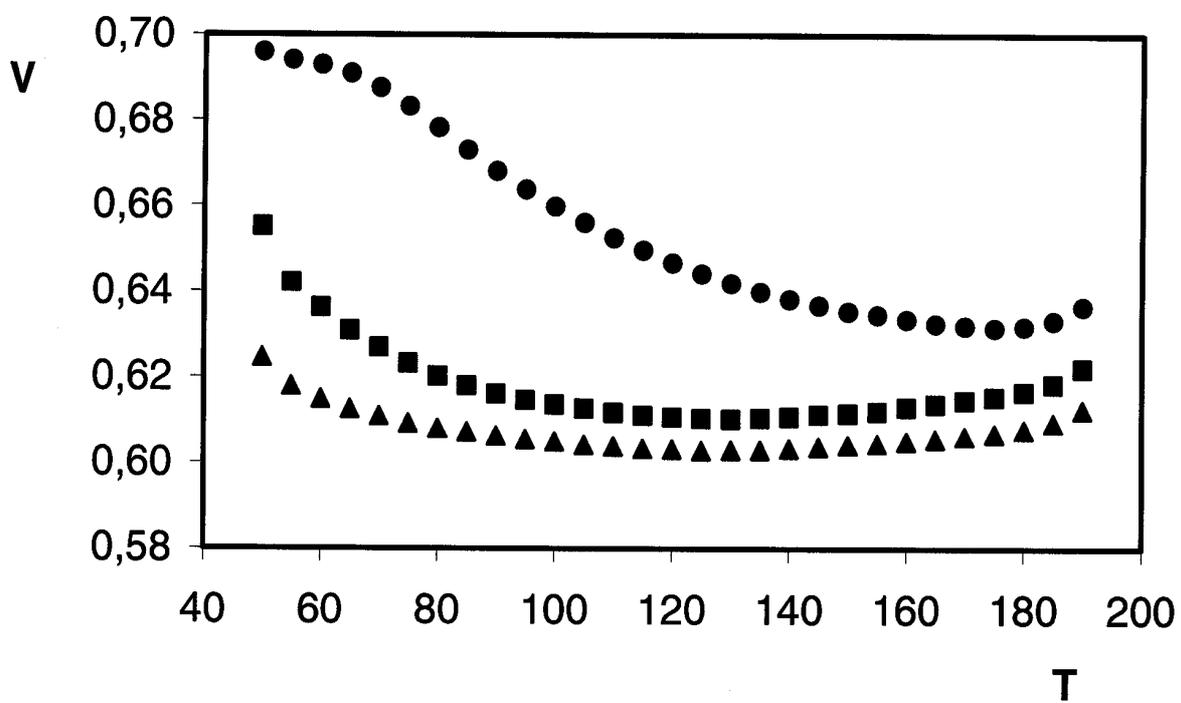
1 / 2

Fig 1



2 / 2

Fig 2





**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement  
national

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

FA 747914  
FR 1004556

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		
X	US 5 728 269 A (KOHNO TSUYOSHI [JP] ET AL) 17 mars 1998 (1998-03-17) * colonne 2, alinéa 28 - colonne 3, ligne 47 * * colonne 4, ligne 24 - ligne 25 * * colonne 5, ligne 1 - ligne 26 * * tableau 1 *	1-4,6,7, 9-13	C11B1/08
X	EP 1 201 380 A2 (CLAUSI ROBERT N [CA]) 2 mai 2002 (2002-05-02) * alinéa [0007] - alinéa [0009] * * alinéa [0014] * * alinéa [0023] * * alinéa [0025] - alinéa [0026] * * alinéa [0050] *	1,3-9, 12-14	
X	GB 2 265 150 A (HARMER BRIAN [ZA]) 22 septembre 1993 (1993-09-22) * page 1, ligne 1 - page 2, ligne 2 * * page 2, ligne 7 - ligne 15 * * page 3, ligne 18 - page 4, ligne 2 * * page 6, ligne 12 - ligne 16 * * page 7, ligne 10 - ligne 11 * * page 7, ligne 15 - page 8, ligne 5 * * page 10, ligne 3 - ligne 8 *	1-11	
X	EP 2 153 957 A1 (FUJITSU LTD [JP]) 17 février 2010 (2010-02-17) * alinéa [0001] - alinéa [0002] * * alinéa [0005] - alinéa [0008] * * alinéa [0011] - alinéa [0012] * * alinéa [0018] - alinéa [0020] * * alinéa [0030] * * alinéa [0032] * * alinéa [0034] *	1-14	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)  B27N
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
22 août 2011		Fageot, Philippe	
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>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</p> <p>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                      &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1004556 FA 747914**

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 **22-08-2011**

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
US 5728269	A	17-03-1998	AU 4314896 A	10-07-1996
			CN 1146744 A	02-04-1997
			WO 9619328 A1	27-06-1996
-----				
EP 1201380	A2	02-05-2002	AUCUN	
-----				
GB 2265150	A	22-09-1993	AUCUN	
-----				
EP 2153957	A1	17-02-2010	CN 101678558 A	24-03-2010
			WO 2008146370 A1	04-12-2008
			US 2010062248 A1	11-03-2010
-----				