

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 02.06.00.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 07.12.01 Bulletin 01/49.

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

⑥① Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : DELMAS BERTRAND FRANCOIS —
FR.

⑦② Inventeur(s) : DELMAS BERTRAND FRANCOIS.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : DELMAS BERTRAND.

⑤④ PROCÉDE DE PRODUCTION D'UNE NAPPE CONSTITUEE EN TOUT OU PARTIE DE FIBRES DE SISAL FINES
ET SOUPLES POUR MATERIAUX COMPOSITES ET PIECES D'HABILLAGE.

⑤⑦ L'invention concerne un procédé de production d'une
nappe constituée en tout ou partie de faisceaux de fibres de
sisal fins et souples.

Les fibres de sisal, grossières, sont constituées de nom-
breux sous faisceaux de fibrilles fissibles longitudinalement.

Un traitement chimique consiste à soustraire de la fibre
de sisal une quantité majeure de ciments pecto-ligneux qui,
à la fois lui confèrent un caractère rigide et agglomèrent les
sous faisceaux de fibrilles qui la constituent, ce qui limite sa
finesse et lui donne un aspect grossier.

L'extraction des ciments peut être suivie d'un traitement
assouplissant.

Les fibres de sisal traitées sont ensuite séparées en plu-
sieurs sous faisceaux par une opération mécanique de car-
dage qui les épurent et les disposent simultanément en un
voile léger de fibres fines et souples.

En effet, au cours de l'opération de cardage des fibres
traitées, les faisceaux, assouplies et désolidarisés par le
traitement chimique, subissent, une division mécanique lon-
gitudinale et sont dissociés pour former un voile de fais-
ceaux fins et souples.

Ce voile de carde, élément de base de pièces composi-
tes diverses pouvant contenir une forte proportion pondé-
-

le de sisal, trouve en particulier des applications dans les
garnitures intérieures de véhicules thermoformées, le ren-
fort ou la décoration de pièces d'habillage.



La présente invention a pour objet un procédé de fabrication d'un voile léger de fibres de sisal affinées et assouplies.

- 5 Actuellement, les fibres de sisal utilisées dans les non tissés sont des fibres brutes décortiquées de la feuille d'agave, nettoyées ou non par une opération de peignage. Ces fibres sont rêches et d'une densité linéique importante (25-40 tex).

Des produits non tissés contenant des fibres de sisal sont réalisés par les moyens
10 suivants :

- Une technique (voie humide) consiste à mettre en suspension des fibres textiles et des fibres papetières dans l'eau avec un liant. La dispersion est ensuite déposée sur un tapis mobile dont l'eau est aspirée. De cette manière se forme, en
15 continue, la nappe de fibres. Ce procédé permet l'utilisation d'une large gamme de fibres naturelles. Ainsi, la technique brevetée WO 98/31626 permet d'utiliser des fibres de sisal coupées à des longueurs inférieures à 60 mm (25 mm) en réalisant un non tissé par voie humide, consolidé par liant chimique.
- 20 - Le cardage aérodynamique est aussi une technique adaptée à une grande variété de fibres. Elle permet de réaliser un voile de fibres utilisées seules ou en mélange. Les fibres individuelles sont disposées dans un flux d'air d'où elles sont envoyées sur un tablier transporteur ou sur un tambour rotatif. Les fibres s'y déposent pêle-mêle pour former le voile.

25

Au cours de la fabrication de non tissés selon les techniques ci-dessus décrites, les fibres de sisal, utilisées seules ou en mélange pour la constitution d'un voile, conservent une grande raideur et une forte densité linéique.

- 30 - A l'aide de cardes loup, Il est possible de réaliser des nappes grossières de sisal. Ces nappes peuvent être utilisées telles qu'elles pour renforcer des constructions en plâtre. On appelle ce produit le staff. Les fibres qui le constituent, qui ont subi le cardage, sont longues (jusqu'à 60 cm) et rêches. La longueur de ces fibres favorise un entremêlement de celles-ci. Pour cette raison, le voile constitué par

cardage, même matelassé, et comprimé en balle, peut facilement se détacher et être manipulé sans risque de se déchirer.

Un cardage conventionnel de 100% de sisal brut ne donne pas de mat de fibres
5 fines. D'autre part, la rigidité des fibres de sisal est importante. Ainsi, si l'on souhaite carder de telles fibres converties à une longueur inférieure à 160 mm, leur manque de souplesse limite fortement leur enchevêtrement. Il en résulte une faible cohésion entre ces fibres qui donne en sortie de carde un voile très fragile, sans tenue, qui a tendance à se désagréger avant qu'une consolidation soit
10 possible. D'autre part, une grande quantité des fibres tombe sous la carde, ce qui abaisse de façon significative le rendement de cardage.

En effet, les fibres brutes de sisal contiennent des ciments pecto-ligneux qui leur confèrent un caractère rigide. De ce fait, les fibres écourtées à une hauteur moyenne inférieure à 160 mm glissent entre elles. l'enchevêtrement physique des
15 fibres n'est alors pas suffisant pour permettre de constituer un voile léger de fibres.

- Une technique de cardage (voie sèche) consiste à mélanger les fibres de sisal à des fibres d'autre nature plus souples et plus fines facilitant ainsi la cohésion du
20 voile à consolider. Le cardage d'un mélange lin/sisal 50/50, par exemple, autorise l'emploi de fibres de sisal coupées à 60 mm car celles ci restent emprisonnées dans la nappe de fibres de lin plus fines et plus souples.

25 Le procédé selon l'invention a pour but de réaliser par cardage une nappe légère de fibres de sisal, fines et souples, d'une longueur moyenne retenue entre 60 et 160 mm, utilisées seules ou en mélange.

L'invention concerne un procédé de production d'une nappe constituée en tout ou partie de fibres de sisal fines et souples, notamment pour matériaux composites et pièces d'habillage, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 5 a) Fourniture de fibres de sisal brutes coupées à une longueur moyenne notamment entre 60 et 160 mm ;
 - b) Extraction chimique de tout ou partie des ciments pecto-ligneux qui lient les sous-faisceaux des fibres de sisal notamment associé à un traitement de blanchiment simultané et/ou subséquent à ladite extraction ;
 - 10 c) Essorage puis séchage de la matière jusqu'à obtention du taux de rétention d'eau des fibres de sisal notamment entre 30 et 40% ;
 - d) Ouvraison des fibres de sisal et homogénéisation éventuelle en cas de mélange des fibres de sisal avec des fibres d'autre nature ;
 - e) Opération mécanique de cardage qui permet de séparer longitudinalement les sous-faisceaux de la fibre de sisal désolidarisés par le traitement chimique
 - 15 précédant et forme simultanément un voile de cardé constitué en tout ou partie de sous faisceaux fins et souples de fibres de sisal.
- 20 A l'étape b) l'extraction des ciments pecto-ligneux est réalisée par un traitement alcalin de dégomme (ou lessivage) en cuve à circulation de bain ou en autoclave, puis un rinçage à chaud suivi d'une neutralisation des fibres et d'un rinçage à froid.
- 25 De plus, une étape subséquente d'augmentation du degré de souplesse des fibres en appliquant par épuisement un produit assouplissant notamment constitué de paraffine émulsifiée peut être exécutée.

La circulation du bain en cuve est réalisée notamment par une pompe délivrant un

30 débit de type 1400 à 1800 l/min pour notamment une hauteur de pompe de 30 à 35 m à son point de fonctionnement et pour notamment 40 kg de matière à traiter disposée en plusieurs paniers notamment cylindriques notamment de diamètre de 400 à 450 mm pour une circulation selon l'axe de ces paniers cylindriques à travers la matière sisal.

A l'étape c), pour surveiller la teneur en eau à respecter, la détermination de la teneur en eau s'obtient par pesées régulières d'un lot de fibres.

5 Entre les étapes d) et e) une étape intermédiaire d1) d'ensimage de la fibre par un produit possédant un pouvoir mouillant et hygroscopique est réalisée.

10 L'étape d1) est suivie d'une étape d2) d'ajout d'un additif à base d'acide silicique colloïdal pour donner un meilleur « crochet » aux fibres et pour augmenter le degré de divisions mécaniques des sous faisceaux au cours de l'opération de cardage.

15 A l'étape d'ensimage d1) ou d2) un agent mouillant de type à base de tensio-actifs anioniques pour favoriser la pénétration et la répartition de la préparation d'ensimage dans la masse de fibres, pour compenser un séchage trop prolongé à l'étape c) est ajouté.

Entre l'étape c) et d) une étape de mesure de la teneur en eau des fibres de sisal est réalisée en prévision d'un mélange éventuel avec des fibres d'autre nature en utilisant la formule suivante :

20

- Mo : masse initiale d'un lot de fibres avant traitement
- p : perte centésimale de la masse de fibres sèches après le traitement de dégomme (ou lessivage)
- T : teneur en eau des fibres de sisal

25

$$T = \frac{\text{masse d'un lot dont } Mo \text{ est connu} - (1-p) \times Mo}{(1-p) \times Mo}$$

30 Ce procédé permet d'élaborer des non tissés souples et de faible grammage, constitués de fibres de sisal seules ou en forte proportion pondérale (50 à 95%) dans un mélange avec des fibres de diverses origines (végétale, synthétiques,

inorganiques). Ces non tissés peuvent servir de renfort pour matériaux composites, de garnitures intérieures de véhicules automobiles, ou de renfort et/ou de décoration de matériaux plastiques d'habillage ou de revêtements.

- 5 Pour la fabrication de matériaux composites renforcés de fibres naturelles, il n'y a, par ce procédé, plus de nécessité de rechercher des fibres naturelles d'une autre variété, plus souples et plus fines, destinées à faciliter le cardage.
- La technique objet de l'invention ne nécessite pas un investissement coûteux et peut en conséquence favoriser des implantations de lignes de production de non
- 10 tissés naturels, à proximité des plantations de sisal, sans nécessiter de mélanges d'autres variétés de fibres végétales d'origines diverses et de coût non négligeable.

L'utilisation de ce nouveau procédé contribuera à :

- 15 • réaliser de nouveaux débouchés de la fibre de sisal et améliorer la situation difficile de ses producteurs.
- promouvoir la consommation de fibres de sisal en substitution à d'autres fibres synthétiques.
- intégrer cette fibre noble, mais d'aspect rêche dans le cercle des produits
- 20 hauts de gamme pour accroître son atout commercial et créer une valeur ajoutée appréciable.
- valoriser des terres touchées par la sécheresse sur lesquelles l'agave a su s'acclimater.
- enrichir une économie locale par la maîtrise de cette technique à proximité des
- 25 lieux de cultures.
- abaisser le coût de revient de matériaux composites à renfort naturels.

L'utilisation de cette nouvelle méthode se justifie aussi par les motifs industriels suivants :

- 30 • les fibres de sisal s'intègrent dans les programmes de développement durable. D'ici à 2015, les constructeurs auront à prendre en charge le recyclage des véhicules, d'où l'intérêt de faciliter cette opération et d'en abaisser son coût, par ce procédé.

- l'extraction et la préparation des fibres de sisal nécessitent moins d'énergie que la fabrication de fibres de verre habituellement utilisées.
 - le prix de revient de la fabrication d'un habillage intérieur de véhicule automobile en composite à renfort en sisal serait plus bas que celui des habillages à base de fibres de verre.
 - les fibres de sisal sont moins abrasives que les fibres de verre pour les machines de moulage et de mise en œuvre du composite.
 - la résistance mécanique appréciée de la fibre de sisal est un critère considéré pour la résistance aux chocs des composites.
 - la substitution des fibres de verre par des fibres de sisal allège les matériaux composites de l'habitacle d'un véhicule automobile, ce qui contribue à la diminution de la consommation de carburant, donc à la protection de l'environnement au quotidien.
 - l'utilisation du sisal munit le constructeur d'un argument de vente: la prise de conscience par le consommateur de sa participation à la protection de l'environnement lors de l'achat du véhicule. Cela passe par l'information du consommateur que :
 - l'automobile contient des matières naturelles qui n'ont pas contribué à la pollution lors de la fabrication ;
 - certaines parties du véhicule sont recyclables ;
 - les fibres qui renferment ces matériaux recyclables sont incinérables avec peu d'énergie.
- Les avantages techniques de l'invention seront mieux compris à la lecture de quelques caractéristiques de la fibre de sisal et des modes de réalisation décrits ci-dessous.

Cette description se réfère aux dessins annexés suivants :

- la figure 1 est une vue en coupe verticale d'une cuve à circulation de bain de type connu ;
- la figure 2 représente une courbe de conduite d'un traitement à effectuer sur les fibres de sisal ;

Les fibres brutes de sisal sont grossières avec une finesse de l'ordre de 25 à 40 tex (En comparaison, le jute possède un titre d'environ 3-4 tex et le coton a une densité linéique inférieure à 3 dtex).

5

La fibre technique, extraite de la feuille d'agave à maturité, a une longueur comprise entre 60 cm et 150 cm.

Cette fibre technique est constituée d'un faisceau de fibres plus courtes de 1,5 mm à 4 mm, appelées fibres élémentaires, liées entre elles par des ciments pecto-
10 ligneux.

La coupe transversale d'une fibre technique est de forme circulaire ou en forme de croissant. Elle contient jusqu'à une centaine, voire plus, de fibres élémentaires de section polygonale.

15 La particularité intéressante de la fibre technique est sa " fissibilité " ou divisibilité longitudinale par une action mécanique, donnant lieu à des fibres dissociées plus fines et de longueurs variables. Par exemple, une fibre brute tronçonnée à une hauteur de 200 mm peut aisément se diviser en deux fibres de même hauteur, avec un titre approximativement divisé par deux.

20 Un autre test permet de constater que des fibres brutes passées dans une cardé loup type cardeuse Mackie avec une longueur initiale de 90 cm de moyenne, introduites parallèlement au sens de la marche, sortent cardées avec un titre moyen de 1,2 à 1,35 fois plus fin et avec une longueur approximative de 60 cm.

Il est en revanche difficile de diviser plus loin le faisceau fibreux par action
25 mécanique sans casser la fibre. D'autre part, la constitution physico-chimique de la fibre de sisal, conservée après la division mécanique du faisceau, maintient le caractère rêche de la fibre.

Pour des raisons techniques ou esthétiques, il est légitime de souhaiter une nappe
30 de faible grammage (20 à 50 g/m²) constituée de fibres de sisal fines et souples, d'une bonne ténacité et d'un toucher soyeux.

Comme le montre un tableau de composition d'une fibre de la variété sisalana ci-joint, la part pondérale de ciments pecto-ligneux n'est pas négligeable.

Une composition centésimale de la variété sisalana :

5

Pectines	Lignines	Hémicelluloses	Cellulose
12,3 %	2,7%	24,6%	60,4%

Le procédé selon l'invention consiste, suite à la décortication de la feuille d'agave, à couper les fibres obtenues à l'aide d'une coupeuse à une hauteur moyenne réglée, selon le choix du produit à réaliser, entre 60 et 160 mm.

10

Ces fibres subissent un traitement de dégomme (ou lessivage) pour extraire une partie importante de ciments pecto-ligneux qui occasionnent les difficultés de cardage mécanique décrites ci-dessus et créent de nombreuses poussières lors de cette opération.

15

Remarque : il est également possible, pour des raisons pratiques, de couper les fibres de sisal séchées après le dégomme des ciments pecto-ligneux, plutôt qu'avant, néanmoins, le lessivage des fibres coupées se révèle plus efficace que celui des fibres en long brin.

20

Le dégomme chimique est effectué dans une cuve à circulation de bain ou en autoclave. Une pression dynamique suffisante du bain sera recherchée pour conforter l'extraction des matières indésirables. Pour que la circulation du bain de lessivage à travers la matière à traiter soit importante, il est souhaitable d'utiliser une cuve de type connu comme représenté sur la figure 1.

25

Cette cuve peut-être à ciel ouvert ou fermée pour des raisons de sécurité.

Deux filets en polyamide à mailles serrées (ex. nylon) sont disposés chacun dans un des logements ou «paniers» (2) et (2') cylindriques de 400 à 450 mm de diamètre, et d'axe de révolution vertical. Chacun de ces filets retient jusqu'à 20 kg de fibres sèches en bourre comprimées au mouillé.

30

Le bas (3) et (3') et le haut (4) et (4') des logements cylindriques (2) et (2') sont fermés à l'aide d'une grille circulaire. Lesdits logements (2) et (2') sont reliés en (3) et (3') au circuit de pompe. Le bain de traitement circule selon les flèches

indiquées sur la figure 1 à travers la matière sisal dans le sens axial des paniers cylindriques. Si la pompe le permet, il est souhaitable d'inverser le sens de la circulation toutes les 10mm pendant la durée du traitement.

- 5 Pour une circulation de bain suffisante, il est préférable d'utiliser une pompe aux caractéristiques à son point de fonctionnement (duty point) définis comme suit :
- débit de 1400l/min à 1800 l/min ;
 - hauteur de pompe d'environ 30 à 35 m ;
- ce afin de compenser les pertes de charges occasionnées par les 40 kg de
- 10 matière comprimée dans les paniers.

Afin d'extraire une majorité de lignines et pectines, la fibre subit dans ce type de cuve, ou en autoclave, un traitement alcalin dont on donne un exemple de formulation :

15

- Une formulation de bain de dégomme (ou lessivage) :

i - Rapport de Bain : 1/10 – 1/15 – 1/20

ii- Soude : 12,5 ml/l NaOH à 30% (soit 5g/l NaOH 100%)

20 iii- Agent mouillant non ionique ou anionique constitué de tensio-actifs dérivés d'une éther polyglycolique :

(ou bien un agent mouillant séquestrant anionique)

ex : 0,7 g/l Sandozine MRN (CLARIANT)

iv- Agent dispersant émulsionnant non ionique :

25 ex : 0,7 g/l Ekaline F (CLARIANT)

v- Agent désaérant antimousse non ionique ou faiblement anionique :

ex : Albegal FFA (CIBA)

Notes :

30

-Une courbe de conduite dudit traitement est représentée en Figure 2.

-L'ajout de soude dans la formulation du traitement a une influence néfaste sur la ténacité du sisal.

Il est possible d'effectuer un dégommeage moins sévère en substituant la teneur en soude (ii) par un mélange de soude et de carbonate de sodium.

5

Exemple 1: 4g/l Na_2CO_3 et 0,5 g/l NaOH.

Exemple 2: 6g/l Na_2CO_3 et 0,7b g/l NaOH.

10

-Si le bain est au contact de l'air plutôt que d'un gaz inerte ou s'il n'est pas sous vide comme ce pourrait se faire dans un autoclave, il est envisageable d'ajouter au bain 0,25% de bisulfite de sodium à 35°Bé, jouant le rôle de réducteur, ou 1,5 g/l de peroxyde de sodium et 3 ml/l de silicate de sodium à 38°Bé, afin de limiter la formation d'oxycellulose qui peut engendrer une baisse de la ténacité des fibres.

15

-Au terme dudit traitement, les fibres subissent un rinçage à chaud. Ce dernier est important afin d'éviter que les matières en dispersion dans le bain ne se plaquent sur la fibre, et ainsi pouvoir apprécier une perte de masse sensible de ciments.

20 -Les fibres subissent ensuite une neutralisation à température ambiante pendant 5-10 min avec 2 ml/l de $\text{CH}_3\text{-COOH}$ concentré.

-On procède alors au rinçage à froid.

Notes :

25

- Un traitement subséquent facultatif consiste à augmenter le pouvoir assouplissant des fibres traitées en appliquant par épuisement un produit assouplissant constitué de paraffine émulsifiée :

Exemple :

30

- émulsion de paraffine : 2 à 4% d'Aktafine DC (A.K.T.)

- température de traitement : 30 à 50°C

- durée du traitement : 15 à 20 min

- L'option se présente également de réaliser un blanchiment des fibres de sisal soit en combinant des agents de blanchiment aux produits du bain de lessivage, soit en effectuant le blanchiment après le lessivage.

Exemple de formulation de blanchiment combiné au lessivage :

5

ajouter aux produits du traitement de dégommage décrit ci-dessus :

-12 ml/l de H_2O_2 ;

-2-3 ml/l de silicate de sodium à 38°Bé ;

suivre la conduite de traitement selon figure 2.

10

-Une option indépendante des deux précédentes consiste à réaliser le lessivage de la fibre de sisal en deux bains, le premier étant le bain résiduaire d'une autre quantité de matière lessivée auparavant selon la même formulation dudit traitement de lessivage et les conditions suivantes :

15

- température du bain baissée à 70°C ;

- durée du traitement : 30 min ;

le rapport de bain dépend de la quantité du bain résiduaire (si la cuve était à ciel ouvert). Dans ce cas, Préférer un rapport de bain initial de

20

1/15 à 1/20.

-Essorage de la matière. Si une cuve du type de la figure 1 a été employée pour le traitement, garder la bourre maintenue dans les filets à mailles serrées pour l'essorage.

25

- Pour des raisons données plus loin, la matière essorée est préférentiellement séchée un temps court, afin de conserver une teneur en eau sensible de l'ordre de 30-40% de sa masse sèche. Pour des raisons pratiques, comme par exemple, la constitution d'un mélange de fibres en ouvreuse mélangeuse, ou pour la coupe des fibres de sisal post-traitement, il est néanmoins possible, si besoin est, de sécher de façon plus conséquente la fibre essorée.

30

Pendant le séchage des fibres, la pesée régulière d'un lot de fibres d'un poids connu anté-traitement est un moyen de surveiller leur taux de reprise d'humidité.

- Si l'on souhaite effectuer un mélange de fibres de sisal incomplètement séchées, pour respecter les proportions de ce mélange, il est important de connaître la teneur en eau des fibres afin de déterminer le poids des fibres sèches correspondantes de la quantité que l'on souhaite mélanger. Selon le type de
- 5 matériel et les formulations de traitement de lessivage employés, la masse sèche des fibres subit une perte $p = 12$ à 17% .

Pour connaître le taux de rétention d'eau de la fibre incomplètement séchée, appliquer la formule suivante :

- 10 soit M_o la masse initiale d'un lot de fibres avant traitement ;
soit T la teneur en eau des fibres ;

$$T = \frac{\text{masse d'un lot dont } M_o \text{ est connu} - (1-p) \times M_o}{(1-p) \times M_o}$$

- 15 La fibre rendue sensiblement plus souple et hydrophile par le traitement précédent possède une plasticité croissante avec la teneur en eau.

- Après ouvraison et éventuellement homogénéisation des fibres en cas de mélange du sisal avec d'autres fibres, on pulvérise sur la matière un ensimage qui
- 20 possède un bon pouvoir mouillant et hygroscopique, constitué par exemple d'esters d'acides gras et de polyols.

- Pour donner un meilleur « crochet » aux fibres, il est possible d'ajouter à l'ensimage un additif à base d'acide silicique colloïdal.

- La fibre peut alors être finement cardée sur une carde à garniture rigide, mais
- 25 préférentiellement semi rigide ou souple.

- Pendant l'opération de cardage, la friction des fibres sur des dents de carde ouvre et divisent des sous faisceaux de fibres. Des ciments pecto-ligneux ont été évacués en partie par le traitement . Les ciments restants, ramollis et fragilisés, ne résistent pas à l'action mécanique des dents de carde qui divisent avec une
- 30 grande facilité ces fibres engendrant ainsi un voile de fibres d'une plus grande finesse.

Des fibres, qui pour certaines ont conservé leur longueur initiale, plus fines et plus souples sont alors bien dissociées et enchevêtrées dans l'opération de cardage.

On constate que des fibres de sisal prélevées dans une nappe, réalisée selon le procédé de l'invention, ont en nombre significatif des finesses inférieures à 7 tex.

- 5 D'autre part, on mesure pour ces fibres rendues fines, souples et soyeuses, des ténacités comprises entre 27,4 cN/Tex et 55 cN/Tex (ces résultats sont comparables à la ténacité du lin).

- 10 Certains faisceaux issus de fibres divisées subissent d'autres divisions pendant leur passage sur les garnitures de carde. Lorsque des sous-faisceaux de faisceaux n'ont pas été divisés sur toute leur longueur, on retrouve dans le voile de carde, des faisceaux de fibres ouverts possédant plusieurs terminaisons. Cette forme arborescente de quelques fibres est favorable pour l'entrelacement avec des fibres chimiques frisées, de 6 à 20 dtex, introduites en faible proportion en
- 15 mélange avec le sisal.

La carde joue également un rôle épurateur en éliminant en partie les ciments ramollis qui adhèrent encore aux fibres.

- 20 Si avant l'ouvrison des fibres de sisal, ou avant leur homogénéisation dans un mélange éventuel, le séchage a été trop prolongé, les ciments restants, fragilisés et ramollis par le traitement précédent, durcissent et ont tendance à recoller ponctuellement les faisceaux fibreux par endroit, ce qui limite le gain recherché en finesse. Dans ce cas, ajouter au mélange d'ensimage et d'additif à base d'acide silicique colloïdal, un agent mouillant à base de tensioactifs anioniques qui
- 25 favorise la pénétration et la répartition de la préparation d'ensimage dans la masse de fibres. Laisser reposer la matière pour qu'elle s'imprègne du mélange. Lorsque l'imprégnation est faite, la fibre ensimée retrouve une grande flexibilité et peut être cardée.

- 30 Les voiles de fibres, réalisés par cette technique, superposés selon les densités attendues, permettent de renforcer des matériaux composites, ou, constitués de fibres blanchies ou teintées, peuvent faire office de décoration de pièces plastiques d'habillage ou de revêtements.

Ces matériaux trouvent des applications en particulier dans l'industrie du transport (bus, trains, automobiles...).

5 Les fibres de sisal traitées peuvent être introduites en carde en mélange à des fibres thermofusibles telles que le polypropylène. Le voile sisal/polypropylène ainsi obtenu peut être superposé en plusieurs couches par nappage, ou enroulement sur un tambour, et subir un aiguilletage pour consolider un mat en sisal/polypropylène d'une grande souplesse et élasticité.

Ce mat thermoformé donne un matériau composite.

10 Selon les proportions du mélange des fibres de sisal et de polypropylène, et le grammage recherché, l'on peut aiguilleter une nappe d'une grande capacité d'allongement (90-100%), qui thermoformée, donne un matériau d'une grande flexibilité.

15 La finesse et souplesse des fibres de sisal apportées par la combinaison des traitements chimiques et mécaniques décrits ci-dessus permettent en cas de mélange recherché avec des fibres thermofusibles, d'augmenter à souhait la part pondérale de fibres de sisal.

On peut par exemple concevoir un mélange 90/10 sisal/polypropylène.

20 En effet, si l'on prévoit une consolidation par thermoliage du voile de fibres superposé en plusieurs couches ou tel quel, selon les spécifications recherchées du voile à consolider, la facilité d'enchevêtrement, conférée aux fibres de sisal par le double traitement chimique et mécanique, favorise une réduction au minimum souhaité de la proportion de fibres thermofusibles.

25

-Un voile de fibres réalisé selon le procédé de l'invention peut par exemple être superposé en plusieurs couches, et subir une consolidation par imprégnation dans un bain de liant synthétique, suivi d'un exprimage qui lui donne une forme plate, et d'un séchage. Ce produit obtenu peut servir de garniture intérieure de véhicules automobiles (par exemple, dans le pavillon).

30

-Un voile de fibres réalisé selon le procédé de l'invention peut par exemple être superposée en plusieurs couches et subir un aiguilletage pour consolider un mat d'une grande souplesse et élasticité.

Ce mat imprégné de résine thermodurcissable (polyuréthane par exemple) est apte à servir de renfort de matériaux composites.

5 Bien entendu, d'autres techniques de moulage adaptées aux mats de fibres de sisal affinées et assouplies peuvent être mises en œuvre. On peut employer, par exemple, la méthode RTM (Resin transfert Moulding), etc.

Aussi, l'invention n'est pas limitative et l'homme de l'art pourra y apporter des modifications sans sortir pour cela du domaine de l'invention.

Revendications

- 5 1) Procédé de production d'une nappe constituée en tout ou partie de fibres de sisal fines et souples, notamment pour matériaux composites et pièces d'habillage, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
- 10 a) Fourniture de fibres de sisal brutes coupées à une longueur moyenne notamment entre 60 et 160 mm ;
- b) Extraction chimique de tout ou partie des ciments pecto-ligneux qui lient les sous-faisceaux des fibres de sisal notamment associé à un traitement de blanchiment simultané et/ou subséquent à ladite extraction ;
- 15 c) Essorage puis séchage de la matière jusqu'à obtention du taux de rétention d'eau des fibres de sisal notamment entre 30 et 40% ;
- d) Ouvraison des fibres de sisal et homogénéisation éventuelle en cas de mélange des fibres de sisal avec des fibres d'autre nature ;
- 20 e) Opération mécanique de cardage qui permet de séparer longitudinalement les sous-faisceaux de la fibre de sisal désolidarisés par le traitement chimique précédent et forme simultanément un voile de carde constitué en tout ou partie de sous faisceaux fins et souples de fibres de sisal.
- 25 2) Procédé de traitement selon la revendication 1 caractérisé en ce que à l'étape b) l'extraction des ciments pecto-ligneux est réalisée par un traitement alcalin de dégomme (ou lessivage) en cuve à circulation de bain ou en autoclave, puis un rinçage à chaud suivi d'une neutralisation des fibres et d'un rinçage à froid.
- 30 3) Procédé de traitement selon la revendication 2 caractérisé en ce qu'il comprend une étape subséquente d'augmentation du degré de souplesse des fibres en appliquant par épuisement un produit assouplissant notamment constitué de paraffine émulsifiée.
- 35 4) Procédé selon les revendication 2 ou 3 caractérisé en ce que la circulation du bain en cuve est réalisée notamment par une pompe délivrant un débit de type

1400 à 1800 l/min pour notamment une hauteur de pompe de 30 à 35 m à son point de fonctionnement et pour notamment 40 kg de matière à traiter disposée en plusieurs paniers notamment cylindriques notamment de diamètre de 400 à 450 mm pour une circulation selon l'axe de ces paniers cylindriques à travers la matière sisal.

5) Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que à l'étape c), pour surveiller la teneur en eau à respecter, la détermination de la teneur en eau s'obtient par pesées régulières d'un lot de fibres.

6) Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'elle comprend entre les étapes d) et e) une étape intermédiaire d1) d'ensimage de la fibre par un produit possédant un pouvoir mouillant et hygroscopique.

7) Procédé selon la revendication 6 caractérisé en ce que l'étape d1) est suivie d'une étape d2) d'ajout d'un additif à base d'acide silicique colloïdal pour donner un meilleur « crochet » aux fibres et pour augmenter le degré de divisions mécaniques des sous faisceaux au cours de l'opération de cardage.

8) Procédé selon les revendications 6 ou 7 caractérisé en ce que l'on rajoute à l'étape d'ensimage d1) ou d2) un agent mouillant de type à base de tensio-actifs anioniques pour favoriser la pénétration et la répartition de la préparation d'ensimage dans la masse de fibres, pour compenser un séchage trop prolongé à l'étape c).

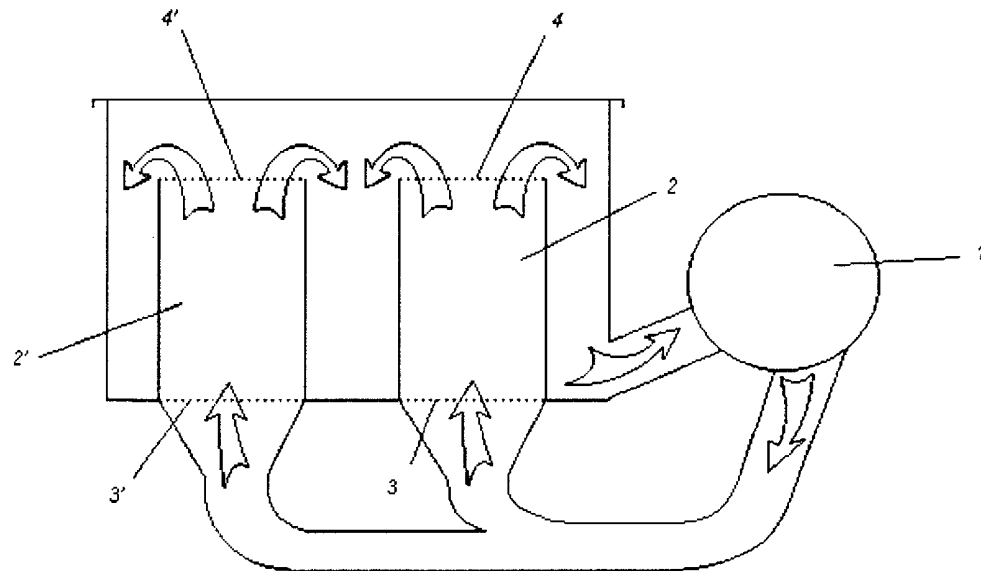
- 9) Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'elle comprend entre l'étape c) et d) une étape de mesure de la teneur en eau des fibres de sisal qui est réalisée en prévision d'un mélange éventuel avec des fibres d'autre nature en utilisant la formule suivante :

- Mo : masse initiale d'un lot de fibres avant traitement ;
- p : perte centésimale de la masse de fibres sèches après le traitement de dégommage (ou lessivage) ;
- T : teneur en eau des fibres de sisal ;

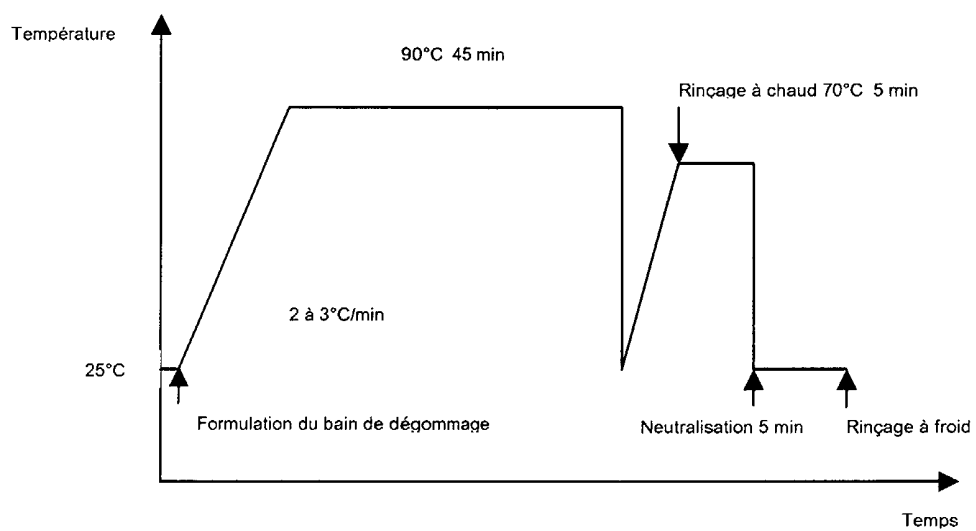
$$T = \frac{\text{masse d'un lot dont Mo est connu} - (1-p) \times Mo}{(1-p) \times Mo}$$

- 10) Pièce composite notamment pour véhicule automobile caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un voile de carde constitué en tout ou partie de fibres de sisal provenant du procédé de production selon l'une quelconque des revendications précédentes, consolidé (notamment par aiguilletage, thermoliage, imprégnation...) ou non.

1/1

**Figure 1**

Courbe de conduite :

**Figure 2**

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

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

2809748

N° d'enregistrement
national

FA 589364
FR 0007115

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	GB 673 671 A (JACOBUS RINSE ET AL) * le document en entier * ----	1-3	D01C1/00 D01C1/02 D01B9/00
A	US 1 368 750 A (QUIJANO R) 15 février 1921 (1921-02-15) * le document en entier * ----	1,2	
A	DE 335 612 C (CHEMISCHE FABRIK GRIESHEIM ET AL) * le document en entier * ----	1,2	
A	FR 994 477 A (SOOKI TOTH P L ET AL) 26 novembre 1951 (1951-11-26) * le document en entier * ----	1,2	
A	GB 689 640 A (MONSANTO CHEMICAL COMPANY) * le document en entier * ----	6-8	
A	FR 2 726 297 A (CHOMARAT & CIE) 3 mai 1996 (1996-05-03) * le document en entier * -----	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)
			D01C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
16 février 2001		Tarrida Torrell, J	
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			