

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
03 septembre 2020 (03.09.2020)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2020/173910 A1

(51) Classification internationale des brevets :
B27N 3/02 (2006.01) B27N 3/20 (2006.01)
B27N 3/18 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/EP2020/054849

(22) Date de dépôt international :
25 février 2020 (25.02.2020)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1901946 26 février 2019 (26.02.2019) FR

(71) Déposant : **AUTHENTIC MATERIAL** [FR/FR] ; Cemes,
29 rue Jeanne Marvig, BP 94347, 31055 TOULOUSE Ce-
dex 4 (FR).

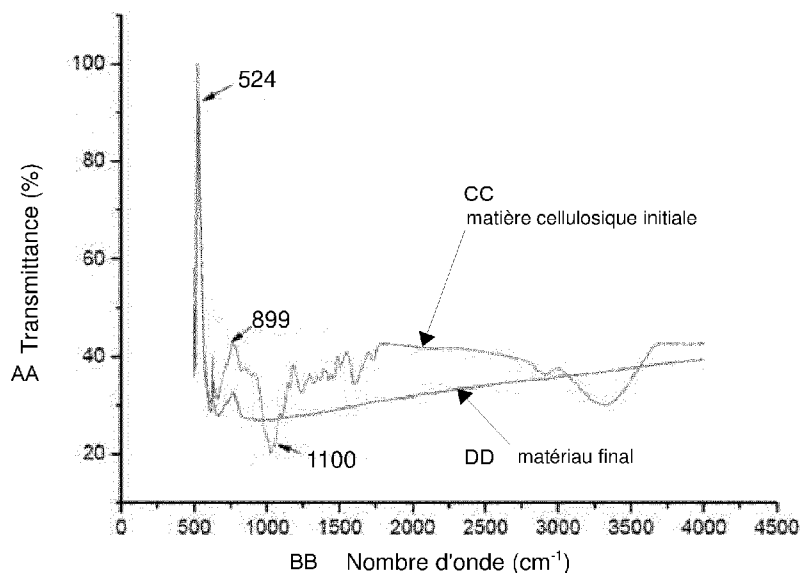
(72) Inventeurs : **JUMEAUX, Margaux** ; 17 Rue Julia, 31500
TOULOUSE (FR). **MENNY, Vincent** ; 34 rue Georges
Sand, 31120 PORTET SUR GARONNE (FR). **REIN, Ca-
mille** ; 70 Chemin des Mourets, 82410 Saint Etienne de Tul-
mont (FR). **NAIMI, Foad** ; 7 rue Alapetite, 21150 VENA-
REY LES LAUMES (FR).

(74) Mandataire : **IPSIDE** ; 6, Impasse Michel Labrousse,
31100 TOULOUSE (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO,
AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA,
CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ,

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING A PART FROM A CELLULOSIC MATERIAL IN PARTICULATE FORM AND PART OBTAINED BY SUCH A METHOD

(54) Titre : PROCÉDÉ DE FABRICATION D'UNE PIÈCE À PARTIR DE MATIÈRE CELLULOSIQUE SOUS FORME PARTICULAIRE ET PIÈCE OBTENUE PAR UN TEL PROCÉDÉ



AA Transmittance (%)
BB Wave number (cm⁻¹)
CC first cellulosic material
DD last material

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing a part in the form of a solid block from a cellulosic material in particulate form. Said method comprises a phase of heating the cellulosic material under compression at a pressure greater than or equal to 5 MPa, at a temperature greater than or equal to 150°C; subsequently, a phase of cooling the material obtained in this way, the compression at a pressure greater than or equal to 5 MPa being maintained until said material has reached a temperature lower than 100°C. Said method makes it possible to form, from lignocellulosic or non-lignocellulosic material, a part made of particularly dense material.

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de fabrication d'une pièce sous forme d'un bloc solide, à partir de matière cellulosique

[Suite sur la page suivante]

EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible*) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée:

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

sous forme particulière. Ce procédé comprend une phase de chauffage de la matière cellulosique sous compression à une pression supérieure ou égale à 5 MPa, à une température supérieure ou égale à 150 °C; puis une phase de refroidissement du matériau ainsi obtenu, la compression à une pression supérieure ou égale à 5 MPa étant maintenue jusqu'à ce que ce matériau ait atteint une température inférieure à 100 °C. Ce procédé permet de former, à partir de matière lignocellulosique ou non-lignocellulosique, une pièce en matériau particulièrement dense.

**PROCÉDÉ DE FABRICATION D'UNE PIÈCE À PARTIR DE MATIÈRE
CELLULOSIQUE SOUS FORME PARTICULAIRE ET PIÈCE OBTENUE PAR UN
TEL PROCÉDÉ**

La présente invention s'inscrit dans le domaine de la valorisation des résidus végétaux, en particulier des résidus de type cellulosique.

Plus particulièrement, la présente invention concerne un procédé de fabrication d'une pièce sous forme d'un bloc solide à partir de matière cellulosique sous
5 forme particulaire. L'invention concerne également une pièce obtenue par un tel procédé de fabrication.

L'épuisement programmé des ressources fossiles incite depuis plusieurs années les industriels à développer des solutions de remplacement mettant en œuvre des ressources renouvelables, et ce dans tous les domaines de l'industrie. Le
10 recyclage et la valorisation des déchets d'origine animale ou végétale revêtent à ce titre un intérêt croissant, tant du point de vue économique qu'environnemental.

Il a ainsi été proposé par l'art antérieur de fabriquer des matériaux solides à partir des déchets d'origine végétale, en particulier par un procédé de moulage à
15 chaud et à haute pression de ces déchets.

Un exemple d'un tel procédé est décrit dans le document WO 2012/069736, pour la fabrication d'un matériau solide à partir d'une matière organique d'origine végétale contenant des polysaccharides ou des polypeptides. Ce procédé comprend le chauffage de la matière première sous compression.

20 Les présents inventeurs se sont plus particulièrement intéressés aux matières premières naturelles de type cellulosiques, et aussi bien aux matières non-lignocellulosiques qu'aux matières lignocellulosiques, et notamment au bois, dont les propriétés, en particulier les propriétés mécaniques et les propriétés esthétiques, s'avèrent d'un grand intérêt.

25 En particulier, le bois est un matériau naturel d'origine végétale, qui forme les troncs, les branches et les racines des plantes ligneuses. Les fibres du bois sont principalement composées de cellulose, un polysaccharide de structure tridimensionnelle organisée, ainsi que de lignine et d'hémicellulose.

Une quantité importante de déchets à base de bois sont générés par les acteurs de la sylviculture et de l'industrie du bois. L'utilisation de ces déchets pour la fabrication de pièces en matériau massif, destinées à des applications multiples et variées tirant profit des propriétés esthétiques et mécaniques avantageuses du bois, en permettrait une valorisation tout à fait intéressante, sur le plan économique comme environnemental.

De la même façon, la revalorisation des déchets cellulosiques non-lignocellulosiques, tels que les résidus des fruits à coques, les résidus végétaux agricoles, les produits agricoles, etc., s'avère d'un grand intérêt.

A l'origine de la présente invention, il a été découvert par les présents inventeurs qu'un procédé de traitement par compression à haute température d'une matière cellulosique sous forme particulaire, mis en œuvre dans des conditions opératoires spécifiques, permet de former des pièces massives en une matière présentant un faible degré d'hygroscopie et présentant des propriétés physico-chimiques et mécaniques particulièrement bonnes, notamment une bonne cohésion, une structuration homogène, une bonne stabilité tant physique qu'esthétique. Cette matière conserve en outre l'odeur du matériau naturel initial. Ces résultats avantageux sont obtenus aussi bien pour les matières lignocellulosiques que pour les matières cellulosiques non-lignocellulosiques.

On entend dans la présente description, par matière cellulosique, une matière naturelle contenant une quantité importante de cellulose, en particulier au moins 30 % en poids de cellulose et/ou hémicellulose. Selon l'invention, l'expression « matière cellulosique » englobe aussi bien les matières dans lesquelles la cellulose est sensiblement le seul constituant polymère, ou contenant un mélange de cellulose et d'hémicellulose en tant que constituants polymères, dites matières « non-lignocellulosiques », que les matières lignocellulosiques, formées d'un mélange de cellulose, lignine et hémicellulose, qui en sont les trois composants polymères principaux.

La cellulose est un polymère organique, semi-cristallin, dont les macromolécules sont naturellement organisées selon des microfibrilles. La cellulose est plus particulièrement composée d'unités β -D-glucopyranose en conformation chaise

4C1 liées par des liaisons β -(1 $\rightarrow$ 4). La cellulose est la matière organique la plus abondante sur la Terre, et le principal constituant de la paroi des cellules végétales.

Dans la nature la cellulose peut être trouvée seule ou sous forme de lignocellulose, c'est-à-dire comprise au sein d'une structure complexe constituée de cellulose, lignine et hémicellulose. Au sein de la biomasse lignocellulosique, ces trois macromolécules s'entremêlent et forment une structure tridimensionnelle complexe et très résistante, maintenue par des liaisons hydrogène et des liaisons covalentes.

La présente invention vise à proposer un procédé de fabrication d'une pièce à partir de matière cellulosique sous forme particulière qui permet d'obtenir une pièce, sous forme d'un bloc solide de matière, reproduisant les propriétés de la matière cellulosique initiale, et même améliorant certaines de ces propriétés.

Un objectif supplémentaire de l'invention est que ce procédé soit simple et rapide à mettre en œuvre.

A cet effet, il est proposé selon la présente invention un procédé de fabrication d'une pièce sous forme d'un bloc solide, à partir de matière cellulosique sous forme particulière, qui comprend les phases suivantes, ces phases étant réalisées à sec : une phase de chauffage de la matière cellulosique, notamment sous forme particulière, le cas échéant contenue dans un moule, sous compression à une pression supérieure ou égale à 5 MPa, à une température supérieure ou égale à 150 °C ; puis une phase de refroidissement du matériau ainsi obtenu, dit matériau modifié, la compression à une pression supérieure ou égale à 5 MPa étant maintenue pendant au moins une partie de la phase de refroidissement, au moins jusqu'à ce que ledit matériau modifié ait atteint une température inférieure à 100 °C. Le procédé peut en outre comprendre, le cas échéant, le démoulage de la pièce solide ainsi obtenue. La matière cellulosique est de préférence soumise à l'étape de chauffage seule ou en mélange avec une quantité inférieure à 5% en poids d'additif(s), par rapport au poids total du mélange.

En particulier, la matière cellulosique soumise à l'étape de chauffage ne

comprend aucun liant polymère, notamment synthétique. Elle n'est en outre de préférence mélangée, pour la mise en œuvre du procédé selon l'invention, à aucun liant polymère, notamment synthétique, en particulier à aucune résine polymère, qu'elle soit de type thermoplastique ou thermodurcissable.

- 5 Dans toute la présente, les valeurs de température sont indiquées pour une mise en œuvre du procédé selon l'invention à pression atmosphérique. L'invention englobe également les configurations dans lesquelles le procédé est mis en œuvre sous pression réduite. Dans un tel cas, il entre dans les compétences de l'homme du métier de déterminer quelles valeurs de température appliquer, en
- 10 fonction d'une pression donnée, pour mettre en œuvre le procédé conformément à la présente invention.

Pendant la phase de refroidissement, la compression à une pression supérieure ou égale à 5 MPa est de préférence maintenue jusqu'à ce que le matériau modifié ait atteint une température inférieure ou égale à 80 °C. Elle est

15 préférentiellement maintenue pendant la totalité de la phase de refroidissement, et notamment jusqu'à ce que le matériau modifié ait atteint la température ambiante.

La compression exercée selon l'invention sur la matière, alors même que cette dernière subit la phase de chauffage, permet de densifier la matière et

20 d'augmenter le niveau de cohésion en son sein.

En outre, le maintien de la compression pendant la phase de refroidissement, tel qu'il est préconisé par la présente invention, assure avantageusement que le matériau constituant la pièce qui est obtenue à l'issue de la mise en œuvre du procédé présente une densité bien supérieure à celle de la matière initiale et des

25 propriétés de résistance mécanique particulièrement bonnes. Ces résultats avantageux pourraient être en partie dus au fait que le maintien de la compression au cours de la phase de refroidissement empêche que l'eau éventuellement présente dans le matériau modifié, sous forme gazeuse à l'issue de la phase de chauffage, ne s'en échappe pendant le refroidissement, laissant

30 par là-même des porosités au sein du matériau, et ce faisant ne déforme la pièce.

Préférentiellement, la compression est réalisée de manière continue pendant la phase de chauffage et la phase de refroidissement. On entend par là qu'il n'y a pas d'interruption de la compression entre la phase de chauffage et la phase de refroidissement. Il peut toutefois y avoir une modification de l'amplitude de la pression exercée pour la compression.

Dans des modes de mise en œuvre avantageux de l'invention, la phase de chauffage est réalisée à une température inférieure à la température de dégradation de la matière cellulosique. Une telle caractéristique assure avantageusement des propriétés mécaniques optimales pour la pièce formée.

Il entre dans les compétences de l'homme du métier de savoir déterminer, pour chaque matière cellulosique donnée, cette température de dégradation. A cet effet, l'homme du métier pourra notamment réaliser une analyse thermique, notamment par analyse thermique différentielle (ATD) d'un échantillon de cette matière cellulosique, de manière classique en elle-même. Une telle technique peut mettre en œuvre une rampe de montée en température de 10°C/min, sur une plage de température allant jusqu'à 1000 °C, sous atmosphère oxydante, par exemple dans l'air, ou sous atmosphère inerte, par exemple d'hélium. A titre d'exemple, cette analyse peut être réalisée sur 20 mg de matière dans un creuset en oxyde d'aluminium de 100 µL de capacité.

A pression atmosphérique, pour la grande majorité des matières cellulosiques et leurs différents taux d'humidité possibles, la température de dégradation de la cellulose / lignocellulose débute à environ 300 °C.

Ainsi, dans des modes de mise en œuvre préférés de l'invention, la phase de chauffage est réalisée à une température inférieure à 300 °C.

Dans des modes de mise en œuvre particulièrement préférés de l'invention, la phase de chauffage est réalisée à une température supérieure ou égale à la température de transition vitreuse de la matière cellulosique, plus précisément du polymère de type cellulosique (incluant les polymères lignocellulosiques) qui entre dans sa constitution.

Au-dessus de cette température de transition vitreuse, il se produit un changement dans la structure tridimensionnelle du polymère cellulosique /

lignocellulosique, par passage d'un état vitreux à un état amorphe.

Cette modification de la structure secondaire du polymère, réalisée sous compression selon la présente invention, se traduit avantageusement, à l'échelle macroscopique, par une densification de la matière.

- 5 La température de transition vitreuse du polymère cellulosique contenu dans la matière cellulosique à laquelle s'applique le procédé selon l'invention dépend notamment du degré d'humidité de cette matière, ainsi, bien sûr, que de la pression dans le dispositif utilisé (pression atmosphérique ou pression réduite).

- Il entre dans les compétences de l'homme du métier de déterminer, pour un
10 échantillon de matière cellulosique sous forme particulière donné, quelle est la température de transition vitreuse du polymère cellulosique qui entre dans sa constitution, dans les conditions de pression appliquées dans le dispositif mis en œuvre. Comme exposé ci-avant, cette température dépend notamment du taux d'humidité du matériau. A cet effet, l'homme du métier pourra notamment
15 procéder à une analyse du matériau par une technique connue en elle-même pour la mesure de ce paramètre, par exemple par la technique de calorimétrie différentielle à balayage (DSC), selon un mode opératoire classique, utilisant de préférence une capsule de type moyenne pression. Connaissant le taux d'humidité du matériau sur lequel il souhaite mettre en œuvre le procédé selon
20 l'invention, et la pression à laquelle ce procédé sera mis en œuvre, l'homme du métier pourra autrement se référer, pour connaître la température de dénaturation de la cellulose, à un abaque préétabli, notamment par analyses par DSC d'échantillons de ce matériau présentant différents taux d'humidité.

- A titre d'exemple, pour la méthode de DSC il peut être mis en œuvre une rampe
25 de chauffe de 20 °C/min. La température de transition vitreuse est de préférence obtenue en réalisant la moyenne entre la température de début de l'évènement thermique observé lors du chauffage (température couramment dite « onset ») et la température au milieu de cet évènement thermique (température couramment dite « midpoint »), qui peut être déterminée par la méthode des
30 tangentes, bien connue de l'homme du métier.

Le chauffage de la matière cellulosique sous forme de particules à une

température supérieure à la température de transition vitreuse du polymère cellulosique induit ainsi une réorganisation moléculaire au sein de la matière, qui a pour effet de densifier cette matière de manière particulièrement importante, bien plus que lorsque le chauffage est réalisé à une température inférieure à la température de transition vitreuse de cette matière, comme
5 proposé notamment par le document WO 2012/069736.

De manière générale, pour les matières cellulosiques non-lignocellulosiques, la température de transition vitreuse du polymère cellulosique qui en est le principal constituant se situe dans une plage de valeurs entre 150 et 200 °C. Ainsi, dans
10 des modes de mise en œuvre particuliers de l'invention, lorsque la matière cellulosique est du type non-lignocellulosique, la phase de chauffage du procédé est réalisée à une température comprise entre 150 °C et 210 °C.

De manière générale encore, pour les matières lignocellulosiques, telles que le bois, la température de transition vitreuse du polymère lignocellulosique qui en
15 est le principal constituant se situe dans une plage de valeurs entre 170 et 220 °C. Dans des modes de mise en œuvre particuliers de l'invention, lorsque la matière cellulosique est du type lignocellulosique, la phase de chauffage du procédé est de préférence réalisée à une température supérieure ou égale à 190 °C, de préférence comprise entre 190 °C et 230 °C.

Lorsque la phase de chauffage du procédé selon l'invention est réalisée à une température supérieure ou égale à la température de transition vitreuse du polymère cellulosique qui y est présent, au cours de la phase de refroidissement le matériau modifié passe, de manière classique en elle-même, d'un état amorphe à l'état vitreux, non déformable. Le démoulage de la pièce fabriquée
25 par le procédé selon l'invention est alors avantageusement facile.

La phase de refroidissement peut être réalisée de toute manière classique en elle-même, notamment par dissipation de chaleur à l'air ambiant.

Préférentiellement, la phase de refroidissement est réalisée le plus rapidement possible, en fonction de ce que permet l'appareillage utilisé pour la mise en
30 œuvre du procédé selon l'invention.

Le procédé selon la présente invention est réalisé à sec. Il ne met

avantageusement en œuvre aucun solvant. On entend par là que le matériau est soumis aux phases du procédé selon l'invention à l'état solide, et non en solution ou suspension dans un liquide. Selon l'invention le matériau peut cependant présenter un taux d'humidité très important, voire être fortement imprégné d'eau.

- 5 On obtient à l'issue du procédé selon l'invention une pièce formée d'un bloc de matériau solide présentant l'aspect esthétique, notamment les couleurs, ainsi que l'odeur, de la matière cellulosique de départ. Le bloc obtenu est avantageusement lisse, compact et densifié, et il présente une bonne cohésion et une bonne solidité. Sa structuration est homogène, et il est physiquement et
- 10 esthétiquement stable. Ce matériau présente en outre une hygroscopie plus faible, et une densité plus élevée, que celles de la matière cellulosique de départ. La densification réalisée par mise en œuvre du procédé selon l'invention n'est associée à aucune perte de masse significative, et elle confère à la pièce obtenue des propriétés mécaniques tout à fait avantageuses, notamment une
- 15 bonne résistance mécanique et une faible déformabilité, ainsi qu'une meilleure tenue à l'humidité que la matière cellulosique initiale. La pièce obtenue présente en outre un module de flexion et un module de traction similaires, voire meilleurs, à ceux de la matière cellulosique initiale.

La pièce obtenue par le procédé selon l'invention est en particulier bien plus

20 dense que les pièces obtenues par des procédés similaires, mais dans lesquels la compression n'est pas maintenue pendant la phase de refroidissement.

Le matériau constituant cette pièce présente un degré de déformabilité qui peut avantageusement être contrôlé, par un choix adéquat des paramètres opératoires du procédé et du taux d'humidité initial de la matière cellulosique

25 naturelle. En particulier, l'eau éventuellement présente dans la matière cellulosique naturelle initiale joue un rôle de plastifiant qui renforce la déformabilité du matériau obtenu.

Le procédé selon l'invention, simple et rapide à mettre en œuvre, permet avantageusement de maîtriser les propriétés du matériau final, notamment par

30 ajout d'additifs adéquats à la matière cellulosique en amont de la phase de chauffage.

Il permet également de maîtriser parfaitement la forme et les dimensions de la pièce formée, si bien qu'il est possible de fabriquer des pièces adaptées pour toutes les applications souhaitées.

A cet effet, le procédé selon l'invention peut être mis en œuvre par compression de la matière cellulosique sous forme particulière contenue dans un moule classique en lui-même, pouvant être de tout type, et pouvant présenter toute forme et toutes dimensions souhaitées. La phase de chauffage, puis la phase de refroidissement, au moins sous compression, sont alors réalisées sur la matière contenue dans ce moule. Un tel moule peut par exemple être formé en
10 acier, en graphite, en carbure de tungstène ou en silicone.

Autrement, le procédé selon l'invention peut comprendre une étape préalable de préformage à froid de la matière cellulosique sous forme particulière, pour former une préforme solide qui est ensuite soumise, pas nécessairement dans un moule, à la phase de chauffage, puis à la phase de refroidissement, sous
15 compression, du procédé selon l'invention.

La matière cellulosique sous forme particulière sur lequel le procédé selon l'invention est mis en œuvre peut être de tout type et provenir de toutes origines.

La matière cellulosique peut être une matière sensiblement dépourvue de lignine, c'est-à-dire une matière non-lignocellulosique. On entend par là que
20 cette matière cellulosique ne contient pas de lignine, ou seulement en très petite quantité, inférieure à 5 % en masse, de préférence inférieure à 3 % en masse. A cet égard, la matière cellulosique peut notamment être choisie parmi les résidus des fruits à coques, les tourteaux ou le marc de café, le cacao, les tourteaux de tournesol ou de colza, les drèches de vanille, les pétales de fleurs,
25 les résidus végétaux agricoles, par exemple issus du chanvre, du riz, du lin, du coton, etc., les produits agricoles, tels que les graines, les feuilles de plantes, etc., et de manière plus générale être issue de tous les produits végétaux.

La matière cellulosique peut autrement être une matière lignocellulosique, telle que la paille, les racines ou le bois.

30 A cet égard, elle peut consister en tout type de bois, issu de toute espèce, et être de toute essence. Il s'agit notamment de déchets de l'industrie du bois ou de

l'industrie papetière, ou encore de la sylviculture, par exemple de déchets de l'exploitation forestière.

La matière cellulosique initiale peut avoir subi toute transformation préalablement à la mise en œuvre du procédé selon l'invention.

- 5 La matière cellulosique peut se présenter sous toute forme particulière, notamment de broyat plus ou moins fin, copeaux ou sciure dans le cas du bois. Préférentiellement, la matière cellulosique à laquelle est appliqué le procédé selon l'invention se présente sous forme de particules de taille comprise entre 20 μm et 2 mm, notamment comprise entre 20 et 500 μm , ou encore entre 50 et 10 500 μm . La taille des particules s'exprime ici en termes de plus grande dimension des particules. Cette taille est mesurée par tamisage, notamment en voie sèche, pour les grandes valeurs, et granulométrie laser pour les plus petites valeurs.

- Préférentiellement, les particules de matière cellulosique présentent une bonne 15 homogénéité de taille.

Ces particules présentent en outre de préférence une bonne homogénéité de forme, dont il est notamment possible de s'assurer par observation au microscope électronique.

- Le procédé selon l'invention est également applicable aux particules de matière 20 cellulosique dont la taille est supérieure à 2 mm, et même dont la longueur est d'un ou plusieurs centimètres.

Le procédé selon l'invention peut en outre répondre à l'une ou plusieurs des caractéristiques décrites ci-après, mises en œuvre isolément ou en chacune de leurs combinaisons techniquement opérantes.

- 25 Dans des modes de mise en œuvre particuliers de l'invention, la phase de chauffage de la matière cellulosique à une température supérieure ou égale à 150 °C, de préférence à une température supérieure ou égale à 190 °C pour les matières lignocellulosiques, et préférentiellement, pour toutes les matières, à une température supérieure ou égale à la température de transition vitreuse du 30 polymère cellulosique qui entre dans sa constitution, est mise en œuvre pendant

une durée comprise entre 1 et 30 minutes.

La mise en œuvre de la phase de chauffage peut être précédée d'une étape préalable de pré-compression à froid de la matière cellulosique sous forme particulaire, notamment lorsque la densité de cette matière initiale est faible.

- 5 La compression exercée pendant la phase de chauffage peut en particulier être réalisée à une pression supérieure ou égale à 15 MPa, notamment à une pression supérieure ou égale à 20 MPa.

Dans des variantes de l'invention, la phase de chauffage de la matière cellulosique est réalisée par la technique de thermomoulage à haute pression,
10 et la compression est de préférence appliquée à une pression supérieure ou égale à 80 MPa, préférentiellement supérieure ou égale à 130 MPa pour ce qui concerne les matières lignocellulosiques, pendant la phase de chauffage, et de préférence à une pression supérieure ou égale à 50 MPa, notamment comprise entre 50 et 100 MPa, pendant la phase de refroidissement.

- 15 Le thermomoulage à haute pression, également nommé pressage à chaud, peut être mis en œuvre dans tout appareillage classique en lui-même.

Dans d'autres variantes de l'invention, la phase de chauffage de la matière cellulosique est réalisée par frittage flash, la matière cellulosique étant contenue dans un moule électriquement conducteur. La phase de refroidissement est de
20 préférence réalisée dans le même dispositif de frittage flash, sans aucune manipulation intercalaire du matériau modifié qui y est contenu. La compression est alors de préférence appliquée à une pression supérieure ou égale à 20 MPa, préférentiellement comprise entre 20 et 50 MPa, pendant la phase de chauffage comme pendant la phase de refroidissement.

- 25 Le moule peut être formé en tout matériau électriquement conducteur adapté à cette application, notamment en métal, par exemple en acier, en graphite ou en carbure de tungstène.

La technique de frittage flash (dite SPS, pour l'anglais « Spark Plasma Sintering ») est bien connue de l'homme du métier. Elle consiste à faire passer
30 un courant électrique pulsé à travers une matrice en matériau électriquement conducteur, contenant le matériau particulaire compacté selon une direction

uniaxiale. Ceci provoque le chauffage du matériau par effet Joule et conduction électrique et thermique, et ce même si la matière cellulosique initiale n'est pas électriquement conductrice, grâce à la propriété de conductivité électrique du moule qui la contient.

- 5 Dans le cadre du procédé selon l'invention, cette technique peut être mise en œuvre dans un dispositif de frittage flash classique en lui-même, et selon des conditions opératoires également classiques en elles-mêmes. L'outillage utilisé peut par exemple consister en des matrices et pistons en graphite, mais tout autre matériau conducteur d'électricité, notamment l'acier, est également
10 adapté.

La mise en œuvre conformément à l'invention de la technique de frittage flash permet d'obtenir un matériau final particulièrement dense, de structure très homogène et présentant des propriétés mécaniques particulièrement bonnes et une bonne usinabilité, et qui plus est de bel aspect esthétique.

- 15 Dans des variantes encore différentes de l'invention, le chauffage de la matière cellulosique est réalisé par induction, ladite matière cellulosique étant contenue dans un moule électriquement conducteur. Là encore, ce moule peut être formé en tout matériau électriquement conducteur, en particulier en métal, notamment en acier, ou en carbure de tungstène par exemple.
- 20 La technique d'induction est elle aussi bien connue de l'homme du métier. Selon cette technique, un champ électrique est impulsé par un filament de cuivre dans le moule d'induction. Se crée alors un champ magnétique qui permet de créer localement un courant électrique. Ce courant électrique constitue une source de chauffage du moule en des points localisés. La chaleur se diffuse alors par
25 conduction dans le moule, et dans la matière qui y est contenue.

Dans un tel mode de mise en œuvre de l'invention, préférentiellement, la compression est appliquée à une pression comprise entre 5 et 10 MPa, pour la phase de chauffage comme pour la phase de refroidissement.

- Le procédé selon l'invention met de préférence en œuvre un dispositif muni d'un
30 système qui injecte de l'eau dans le moule d'induction sous une forte pression, ce qui permet de diminuer rapidement la température du moule et donc du

matériau contenu dans ce moule, tout en maintenant la compression. Un tel contrôle du refroidissement s'avère tout à fait avantageux, notamment en ce qu'il permet de refroidir le matériau modifié de manière très rapide.

Dans des modes de mise en œuvre particuliers de l'invention utilisant la technique de chauffage par induction, le temps total de mise en œuvre du procédé selon l'invention, comprenant la montée initiale en température, la phase de chauffage puis la phase de refroidissement, est ainsi de préférence compris entre 4 et 10 minutes.

Le procédé selon l'invention peut être mis en œuvre à pression atmosphérique ou à pression réduite.

Préférentiellement, les gaz se dégageant de la matière cellulosique lors de la phase de chauffage sont évacués en continu du dispositif utilisé. Ainsi, le procédé selon l'invention comprend de préférence, au cours de la phase de chauffage, et préférentiellement également au cours de la phase de refroidissement, une étape de dégazage en continu de l'enceinte contenant la matière cellulosique sur laquelle le procédé est mis en œuvre.

Préalablement à l'étape de chauffage, le procédé selon l'invention peut comprendre des étapes de nettoyage, triage et/ou dégraissage de la matière cellulosique, ainsi, le cas échéant, qu'une ou plusieurs étapes préalables de broyage de cette matière, de sorte à assurer qu'elle se présente sous une forme particulière, et si nécessaire à la granulométrie souhaitée.

Dans des modes de mise en œuvre de l'invention, particulièrement adaptés aux matières lignocellulosiques, et notamment au bois, le procédé comprend une étape préalable de pré-broyage, notamment de sorte à obtenir des morceaux de taille, notamment de plus grande dimension, comprise entre 500 μm et 3 cm, puis une étape de cryomicronisation, pour former une poudre dont la taille des grains, mesurée par exemple par analyse granulométrique par voie sèche, est comprise entre 60 et 400 μm .

Durant l'étape de refroidissement, il peut être appliqué une compression du matériau modifié à la même pression que durant l'étape de chauffage, ou à une pression différente, qui peut aussi bien être inférieure que supérieure. Une

compression à une pression supérieure à la pression appliquée durant la phase de chauffage est notamment particulièrement avantageuse pour le traitement des matières cellulosiques non-lignocellulosiques.

Comme exposé ci-avant, un maintien de la compression du matériau modifié pendant l'étape de refroidissement, et particulièrement dans les plages de valeurs définies ci-dessus, permet avantageusement de limiter le degré de porosité dans le matériau final obtenu, et, par voie de conséquence, la quantité d'eau contenue dans ce matériau. Il en résulte des propriétés de solidité mécanique et structurelle particulièrement bonnes pour le matériau obtenu à l'issue de la mise en œuvre du procédé selon l'invention.

Dans des modes de mise en œuvre particuliers de l'invention, la phase de chauffage de la matière cellulosique est mise en œuvre à une température, et pendant une durée, qui sont suffisantes pour assurer que l'intégralité de la matière cellulosique soumise au chauffage ait atteint une température supérieure ou égale à la température de transition vitreuse du polymère cellulosique entrant dans sa constitution. Une durée de la phase de chauffage comprise entre 1 et 30 minutes, à une température supérieure ou égale à 190 °C, permet de l'assurer quelles que soient les dimensions de la pièce à former, et notamment son épaisseur, pour la grande majorité des matières cellulosiques, y compris lignocellulosiques, de taux d'humidité inférieur à 30 %.

La matière cellulosique sous forme particulière sur laquelle est mise en œuvre le procédé selon l'invention présente de préférence un taux d'humidité compris entre 0 et 30 %. L'invention s'applique cependant également à des matières cellulosiques sous forme particulière de taux d'humidité supérieur, notamment aussi élevé que 65 %.

On définit ici le taux d'humidité, de manière classique en elle-même, comme le pourcentage en masse d'eau contenue dans la matière, par rapport à la masse totale de la matière, dans des conditions de 60 % d'humidité relative de l'air et à 20 °C environ. Ce taux d'humidité peut notamment être déterminé par comparaison du poids d'un échantillon de la matière avec le poids de ce même échantillon après qu'il ait été soumis à une étape de séchage à plus de 100 °C

jusqu'à obtenir un poids de l'échantillon sensiblement constant, typiquement pendant 24 à 48 heures.

Le cas échéant, le procédé selon l'invention peut comprendre une étape préalable de séchage de la matière cellulosique, par exemple en étuve, pour
5 obtenir le taux d'humidité souhaité.

Préalablement à la mise en œuvre de la phase de chauffage, le procédé selon l'invention peut comprendre une étape de mélange de la matière cellulosique sous forme particulière avec un ou plusieurs additifs, choisis en fonction des propriétés souhaitées pour la pièce finale. Des exemples non limitatifs de tels
10 additifs sont les agents plastifiants, les fibres de renfort, les colorants, etc.

Dans des modes de mise en œuvre particuliers de l'invention, la matière cellulosique n'est mélangée à aucun autre composant pour la mise en œuvre du procédé selon l'invention.

Dans d'autres modes de mise en œuvre particuliers de l'invention, préalablement à la mise en œuvre de la phase de chauffage, le procédé selon
15 l'invention comprend une étape de mélange de la matière cellulosique sous forme particulière avec un ou plusieurs additifs, ces additifs étant présents dans le mélange dans une quantité inférieure à 5 % en poids, par rapport au poids total du mélange.

Des additifs particulièrement préférés dans le cadre de l'invention sont les agents plastifiants, tels que le glycérol ou l'eau (l'eau étant mise en œuvre, en tant qu'additif, pour augmenter le taux d'humidité du matériau naturel), et les substances colorantes, tels que les pigments, par exemple l'oxyde de fer.
20

Selon un autre aspect, la présente invention concerne une pièce obtenue par un procédé de fabrication selon l'invention, répondant à l'une ou plusieurs des caractéristiques décrites ci-avant.
25

Le matériau qui constitue cette pièce présente une plus faible hygroscopie, c'est-à-dire une plus faible tendance à absorber l'humidité de l'air, que celle de la matière cellulosique initiale. Ainsi, dans des conditions d'humidité relative de l'air et de température identiques, le taux d'humidité du matériau final obtenu par le
30 procédé selon l'invention, est plus faible que le taux d'humidité de la matière

cellulosique initiale.

Dans des modes de réalisation particuliers de l'invention, le matériau qui constitue cette pièce présente un taux d'humidité compris entre 0 et 75 %, dans des conditions de 60 % d'humidité relative de l'air et à une température de 20 °C.

- 5 En outre, la densité du matériau constituant la pièce selon l'invention est supérieure à celle de la matière cellulosique initiale.

La pièce selon l'invention peut avoir été obtenue par mise en œuvre du procédé selon l'invention sur tout type de matière cellulosique, qu'elle soit non-lignocellulosique ou lignocellulosique, notamment sur tout type de bois, de toute essence et de toute provenance, y compris sur des mélanges de bois. Elle peut
10 par exemple avoir été obtenue par mise en œuvre du procédé selon l'invention sur du bois de genévrier, du bois d'acajou, du bois de chêne, du bois de hêtre, ou l'un quelconque de leurs mélanges, le cas échéant en mélange avec une ou plusieurs autres essences de bois.

- 15 La pièce selon l'invention peut être utilisée dans de nombreuses applications, notamment pour la fabrication de stylographes, de lunettes, d'éléments de coutellerie, d'étuis de parfum, de petits accessoires de mode, d'accessoires de décoration, d'habillage de supports, d'emballages divers, etc.

Les caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront plus clairement à
20 la lumière des exemples de mise en œuvre ci-après, fournis à simple titre illustratif et nullement limitatifs de l'invention, avec l'appui des figures 1 à 2, dans lesquelles :

- la figure 1 représente les spectres obtenus par spectroscopie infrarouge (mode réflexion totale atténuée) obtenus pour, respectivement, un échantillon de
25 bois d'acajou sous forme particulière et un matériau obtenu à l'issue de la mise en œuvre d'un procédé par thermomoulage à haute pression conforme à l'invention à partir d'un tel échantillon ;

- et la figure 2 représente les spectres obtenus par spectroscopie infrarouge (mode réflexion totale atténuée) obtenus pour, respectivement, un
30 échantillon de bois de genévrier sous forme particulière et un matériau obtenu à l'issue de la mise en œuvre d'un procédé par thermomoulage à haute pression

conforme à l'invention à partir d'un tel échantillon.

Exemples 1 à 3 – Thermomoulage du bois à haute pression

Dans ces exemples, sont mis en œuvre des procédés conformes à l'invention dans lesquels la phase de chauffage est réalisée par thermomoulage à haute
5 pression (HPHT), le bois sous forme particulière étant placé dans un moule de forme hexagonale de 5 cm de largeur, dont chaque côté présente une longueur de 2,9 cm.

Le dispositif utilisé est une presse hydraulique 50 tonnes de la société Pinette Emidecau Industries.

10 Les bois mis en œuvre se présentent sous forme de broyats de granulométrie comprise entre 250 et 500 μm .

Exemple 1 – Bois d'acajou

Le taux d'humidité de l'échantillon de poudre de bois d'acajou est égal à 17 %.

La température de transition vitreuse de la lignocellulose dans cet échantillon est
15 d'environ 180 °C. La masse volumique de cette poudre est comprise entre 0,05 et 0,2 g/cm³.

10 g de poudre sont placés dans le moule, qui est chauffé à une température de 220 °C, supérieure à la température de transition vitreuse de la lignocellulose dans cet échantillon. La poudre est ensuite comprimée, à cette température, à
20 une pression de 192 MPa, pendant 4 min. L'ensemble est ensuite refroidi à une température inférieure à 80 °C, toujours sous compression à une pression de 92 MPa.

La pièce obtenue est ensuite démoulée. Elle se présente sous forme d'un bloc compact de 4 mm d'épaisseur, de surface lisse, de coloration et d'odeur
25 similaires à celles de la poudre de bois initiale. Sa masse volumique est comprise entre 1,2 et 1,6 g/cm³.

La poudre de bois d'acajou initiale et le matériau obtenu à l'issue du procédé sont analysés par spectroscopie infrarouge en mode ATR (réflexion totale atténuée). Les spectres obtenus sont montrés sur la figure 1. Pour la zone entre
30 1250 cm⁻¹ et 2000 cm⁻¹, caractéristique de la lignine, il est à noter que les pics

ne sont pas visibles pour le matériau final, car atténués en raison de la densité élevée de ce matériau. Ces pics sont tout de même présents, même si non visibles sur la figure. Les pics représentatifs de la cellulose, à 524 cm^{-1} , 899 cm^{-1} et 1100 cm^{-1} sont bien présents sur le spectre de la poudre initiale et sur le spectre du matériau final, ce qui atteste de l'absence de dégradation de la cellulose contenue dans la poudre d'acajou initiale lors de la mise en œuvre du procédé selon l'invention. On n'observe en outre pas de pic supplémentaire sur le spectre du matériau final. Cette analyse par spectroscopie infrarouge confirme ainsi qu'il ne s'est pas produit de dégradation du polymère lignocellulosique du bois d'acajou lors de la mise en œuvre du procédé selon l'invention.

Exemple 2 – Bois de genévrier

Le taux d'humidité de l'échantillon de bois de genévrier est égal à 7 %.

La masse volumique de cette poudre est comprise entre $0,05$ et $0,2\text{ g/cm}^3$.

10 g de poudre sont placés dans le moule, qui est chauffé à une température de $210\text{ }^{\circ}\text{C}$, supérieure à la température de transition vitreuse de la lignocellulose contenue dans l'échantillon. La poudre est ensuite comprimée, à cette température, à une pression de 192 MPa , pendant 4 min. L'ensemble est ensuite refroidi, pendant 3 min, jusqu'à une température inférieure à $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, toujours sous compression à une pression de 92 MPa .

La pièce obtenue est ensuite démoulée. Elle se présente sous forme d'un bloc compact de 4 mm d'épaisseur, de surface lisse, d'aspect vitrifié, de coloration et d'odeur très proches de celles de la poudre de bois initiale. Sa masse volumique est comprise entre 1 et $1,4\text{ g/cm}^3$.

La poudre de bois de genévrier initiale et le matériau obtenu à l'issue du procédé sont analysés par spectroscopie infrarouge en mode ATR (réflexion totale atténuée). Les spectres obtenus sont montrés sur la figure 2. Pour la zone entre 1250 cm^{-1} et 2000 cm^{-1} , les pics caractéristiques de la lignine sont atténués pour le matériau final, en raison de la densité élevée de ce matériau, mais sont bien toujours présents. Les pics représentatifs de la cellulose, à 524 cm^{-1} , 899 cm^{-1} et 1100 cm^{-1} , sont présents sur le spectre de la poudre initiale et sur le spectre du matériau final, ce qui atteste de l'absence de dégradation de la cellulose

contenue dans la poudre de genévrier initiale lors de la mise en œuvre du procédé selon l'invention. On n'observe en outre pas de pic supplémentaire sur le spectre du matériau final. Cette analyse par spectroscopie infrarouge confirme ainsi qu'il ne s'est pas produit de dégradation du polymère lignocellulosique du bois de genévrier lors de la mise en œuvre du procédé selon l'invention.

A titre comparatif, une expérience similaire a été réalisée sur le même broyat de bois de genévrier, mais sans exercer de compression du matériau au cours de la phase de refroidissement. Au cours du refroidissement, on a observé une expansion de la matière et une perte de densité.

10 Exemple 3 – Mélange de bois de chêne et de bois de hêtre

Le taux d'humidité de l'échantillon de bois est égal à 12 %.

La masse volumique de cette poudre est comprise entre 0,05 et 0,2 g/cm³.

10 g de poudre sont placés dans le moule, qui est chauffé à une température de 210 °C, supérieure à la température de transition vitreuse de la lignocellulose contenue dans l'échantillon. La poudre est ensuite comprimée, à cette température, à une pression de 192 MPa, pendant 4 min. L'ensemble est ensuite refroidi à une température inférieure à 80 °C, toujours sous compression à une pression de 92 MPa.

La pièce obtenue est ensuite démoulée. Elle se présente sous forme d'un bloc compact de 4 mm d'épaisseur, de surface lisse, d'aspect vitrifié, de coloration et d'odeur proches celles de la poudre de bois initiale. Sa masse volumique est comprise entre 1,1 et 1,5 g/cm³.

Exemple 4 – Frittage Flash

Un procédé selon l'invention, dans lequel la phase de chauffage est réalisée par frittage flash, est mis en œuvre sur du bois de genévrier sous forme de poudre de granulométrie comprise entre 250 et 500 µm.

Le taux d'humidité de cette poudre est égal à 7 %.

Sa masse volumique est comprise entre 0,05 et 0,2 g/cm³.

Le moule utilisé est un disque en graphite de diamètre 130 mm.

L'outillage utilisé est un appareil HPD-125 (FCT Systeme Gmbh) comprenant des pistons en graphite.

150 g de poudre sont introduits dans le moule, qui est ensuite fermé par les deux pistons. L'ensemble est alors disposé dans l'enceinte du dispositif de frittage flash, qui est mise sous pression réduite, à 5-10 Pa. Le dispositif est alors programmé pour appliquer sur la matrice contenant la poudre une compression à une pression de 20 MPa.

Simultanément, l'ensemble est chauffé par effet Joule par un courant électrique traversant les pistons et passant par les parois de la matrice en graphite.

10 L'ensemble est porté à une température de 130 °C, qui dans ces conditions de pression est supérieure à la température de transition vitreuse de la lignocellulose contenue dans l'échantillon et inférieure à sa température de dégradation.

Le contrôle de la température est réalisé grâce à un thermocouple inséré sur la paroi extérieure de la matrice. La température est maintenue à 130 °C pendant 10 min, à la suite de quoi le chauffage est coupé. La compression est maintenue à 20 MPa jusqu'à ce que la température à l'intérieur de la matrice atteigne une valeur de 60 °C.

Le dispositif est alors ouvert, et la pièce est ôtée de la matrice.

20 On obtient une pièce dense, colorée comme le bois de genévrier initial, présentant la même odeur, et de plus faible hygroscopie.

Exemple 5 – Chauffage par induction

Un procédé selon l'invention, dans lequel la phase de chauffage est réalisée par la technique de chauffage par induction, est mis en œuvre sur du bois de genévrier sous forme de poudre de granulométrie moyenne d'environ 250 µm.

Le taux d'humidité de cette poudre est égal à 7 %.

La masse volumique de cette poudre est comprise entre 0,05 et 0,2 g/cm³.

Le moule utilisé est une plaque de 428 mm de long et 273 mm de large.

L'outillage est une presse 100T équipée d'un système induction composé de 2

générateurs de la société Roctool.

200 g de poudre sont introduits dans le moule.

La température est augmentée, en 1 min 30 s, jusqu'à 190 °C, puis maintenue à 190 °C, la poudre étant comprimée à une pression de 9,2 MPa, pendant 1 min.

- 5 Le moule est ensuite refroidi jusqu'à une température de 40 °C, toujours sous la même compression, en 3 min 30 s.

- Après démoulage, on obtient une pièce sous forme d'un bloc solide compact et dense, présentant une odeur et une coloration similaires à celles de la poudre initiale. Les propriétés mécaniques de la matière constituant cette pièce sont
10 particulièrement bonnes.

Exemples 6 à 10 - Thermomoulage à haute pression de matières cellulosiques non-lignocellulosiques

L'appareil mis en œuvre pour ces exemples est le même que celui utilisé pour les exemples 1 à 3.

- 15 Exemple 6 – Tourteau de café

Le taux d'humidité de l'échantillon est égal à 10,4 %, sa densité est égale à 0,6.

- 12 g de tourteau de café sont placés dans le moule, qui est chauffé à une température de 150 °C. La matière est ensuite comprimée, à cette température, à une pression de 81 MPa, pendant 2 min. L'ensemble est ensuite refroidi en
20 3 min jusqu'à la température ambiante, toujours sous compression mais à une pression de 92 MPa.

La pièce obtenue est ensuite démoulée. Elle se présente sous forme d'un bloc compact de surface lisse, avec un aspect vitrifié, de coloration similaire à celle du tourteau initial.

- 25 Exemple 7 – Drèches de vanille

Le taux d'humidité de l'échantillon est égal à 2,5 %, sa densité est égale à 0,8.

12 g de drèches de vanille, sous forme de morceaux de taille comprise entre 200 µm et 1 cm, sont placés dans le moule, qui est chauffé à une température de 180 °C. La matière est ensuite comprimée, à cette température, à une pression

de 81 MPa, pendant 4 min. L'ensemble est ensuite refroidi en 3 min jusqu'à la température ambiante, toujours sous compression mais à une pression de 92 MPa.

- 5 La pièce obtenue est ensuite démoulée. Elle se présente sous forme d'un bloc compact de surface lisse.

Exemple 8 – Marc de café

Le taux d'humidité de l'échantillon est égal à 8 %, sa densité est égale à 0,7.

- 10 8 g de marc de café sont placés dans le moule, qui est chauffé à une température de 180 °C. La matière est ensuite comprimée, à cette température, à une pression de 81 MPa, pendant 4 min. L'ensemble est ensuite refroidi en 3 min jusqu'à la température ambiante, toujours sous compression mais à une pression de 92 MPa.

La pièce obtenue est ensuite démoulée. Elle se présente sous forme d'un bloc compact de surface lisse, avec un aspect vitrifié, et une odeur de café.

- 15 Exemple 9 – Tourteau de café / moule de forme simple

L'échantillon utilisé se présente sous forme d'une poudre de répartition granulométrique comme suit 78,2 % entre 800 µm et 1mm ; 7,2 % entre 800 et 500 µm ; 9,8 % entre 200 et 500 µm ; 4,8 % entre 40 et 200 µm.

Le taux d'humidité de l'échantillon est égal à 10,4 %, sa densité est égale à 0,68.

- 20 Le moule utilisé présente une forme carrée de dimensions 7x7 cm.

- 30 g de l'échantillon de tourteau de café sont placés dans le moule, qui est chauffé à une température de 150 °C par le plateau inférieur de la presse et à 160 °C par le plateau supérieur, sous compression à une pression de 33 MPa. Le temps de maintien à la température cible est de 6 min. L'ensemble est ensuite
25 refroidi jusqu'à 50 °C, toujours sous compression à la même pression.

La pièce obtenue est ensuite démoulée. Elle se présente sous forme d'un bloc compact d'épaisseur 4 mm, de coloration similaire à celle du tourteau initial et présentant une bonne plastification de surface. La densité du matériau est égale à 1,42.

Les caractéristiques mécaniques de cette pièce sont déterminées comme suit. Des barreaux de 5 cm de long, 1 cm de large et 4 mm d'épaisseur sont découpés dans les échantillons carrés de 7x7 cm obtenus à l'issue du procédé. Le test de flexion 3 points est réalisé sur une machine Instron, avec une vitesse d'appui de 2,5 mm/min et un écartement de 40 mm. Le capteur d'enregistrement de la pression est un capteur de 500 N. On obtient ainsi des courbes de flexion / contrainte en fonction du déplacement, qui permettent de définir la contrainte maximale à rupture du matériau et son allongement en sollicitation en flexion. On obtient les résultats suivants : contrainte maximale en flexion 14 MPa, module de flexion 1400 MPa, flèche maximale 0,66 %.

La résistance au choc de barreaux similaires à ceux mis en œuvre pour les tests en flexion est évaluée par le test de Charpy, au moyen Mouton pendule Charpy, équipé d'un mouton de 1 J. A cet effet, la pièce est posée sur un rebord et le mouton est lâché de son support. L'énergie retenue par le mouton pour casser le matériau est lue. On détermine ainsi que le matériau résiste à des chocs d'une intensité de 1,8 kJ/m².

Exemple 10 – Tourteau de café / moule de forme complexe

L'échantillon utilisé est le même que dans l'exemple 9.

Le moule mis en œuvre pour cette expérience présente la forme d'un galet plat à bord arrondi.

Les conditions opératoires sont les mêmes que pour l'exemple 9, à la différence qu'on utilise 18 g d'échantillon initial, et que la compression est réalisée à une pression de 50 MPa.

Après démoulage, on obtient une pièce à bord arrondi en matériau cohésif, qui ne s'effrite pas, qui présente une bonne plastification de surface. La densité du matériau est égale à 1,4.

REVENDECATIONS

1. Procédé de fabrication d'une pièce sous forme d'un bloc solide, à partir de matière cellulosique sous forme particulière, comprenant les phases suivantes, ces phases étant réalisées à sec :
- une phase de chauffage de ladite matière cellulosique, seule ou en mélange
 - 5 avec une quantité inférieure à 5% en poids d'additif(s), par rapport au poids total du mélange, sous compression à une pression supérieure ou égale à 5 MPa, à une température supérieure ou égale à 150 °C,
 - et une phase de refroidissement du matériau ainsi obtenu, dit matériau modifié,
 - 10 ledit procédé étant caractérisé en ce que pendant la phase de refroidissement ladite compression à une pression supérieure ou égale à 5 MPa est maintenue jusqu'à ce que ledit matériau modifié ait atteint une température inférieure à 100 °C.
2. Procédé selon la revendication 1, selon lequel pendant la phase de refroidissement du matériau modifié ladite compression à une pression
- 15 supérieure ou égale à 5 MPa est maintenue jusqu'à ce que ledit matériau modifié ait atteint une température inférieure ou égale à 80 °C.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 2, selon lequel la matière cellulosique est sous forme de particules de taille comprise entre 20 µm
- 20 et 2 mm.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, selon lequel la phase de chauffage de ladite matière cellulosique à une température supérieure ou égale à 150 °C est mise en œuvre pendant une durée comprise entre 1 et 30 minutes.
- 25 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, selon lequel la phase de chauffage de la matière cellulosique est réalisée par thermomoulage à haute pression, et ladite compression est appliquée à une pression supérieure ou égale à 80 MPa pendant la phase de chauffage et à une pression supérieure ou égale à 50 MPa pendant la phase de refroidissement.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, selon lequel la phase de chauffage de la matière cellulosique est réalisée par frittage flash, ladite matière cellulosique étant contenue dans un moule électriquement conducteur, et ladite compression est appliquée à une pression supérieure ou égale à 20 MPa.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, selon lequel le chauffage de la matière cellulosique est réalisé par induction, ladite matière cellulosique étant contenue dans un moule électriquement conducteur.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, comprenant une étape préalable de broyage de ladite matière cellulosique.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, selon lequel la matière cellulosique sous forme particulière présente un taux d'humidité compris entre 0 et 30 % dans des conditions de 60 % d'humidité relative de l'air et une température de 20 °C.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, selon lequel la matière cellulosique est une matière lignocellulosique, notamment du bois.
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, selon lequel la matière cellulosique est dépourvue de lignine.

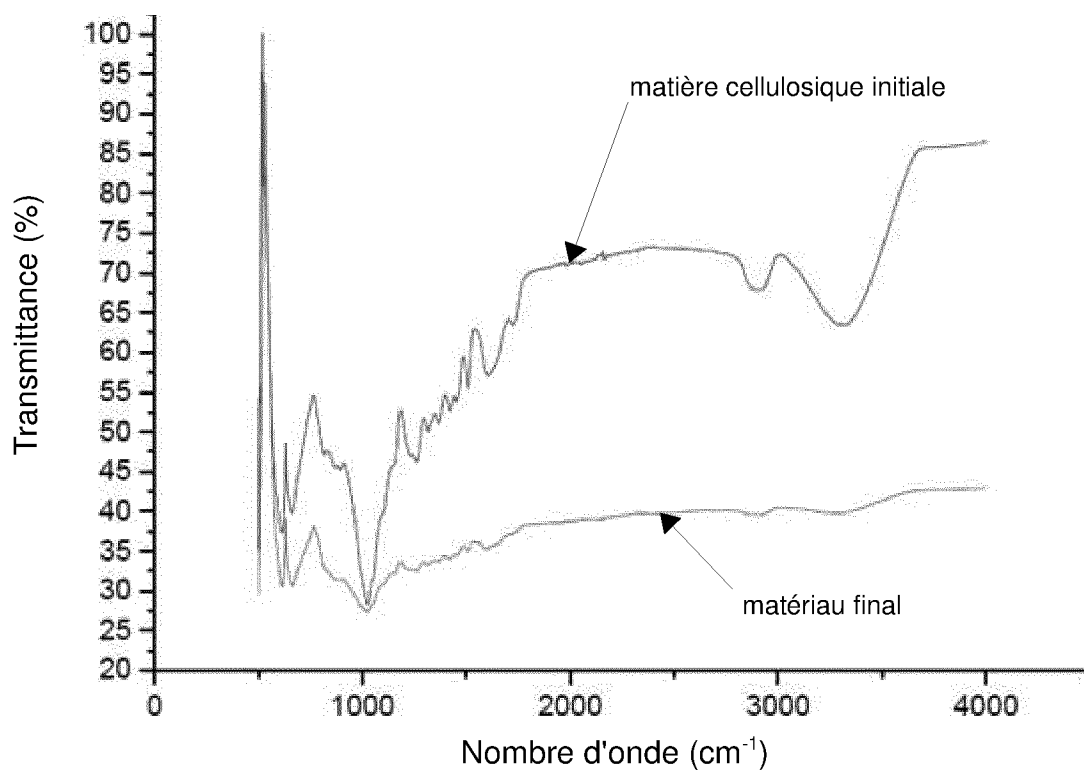
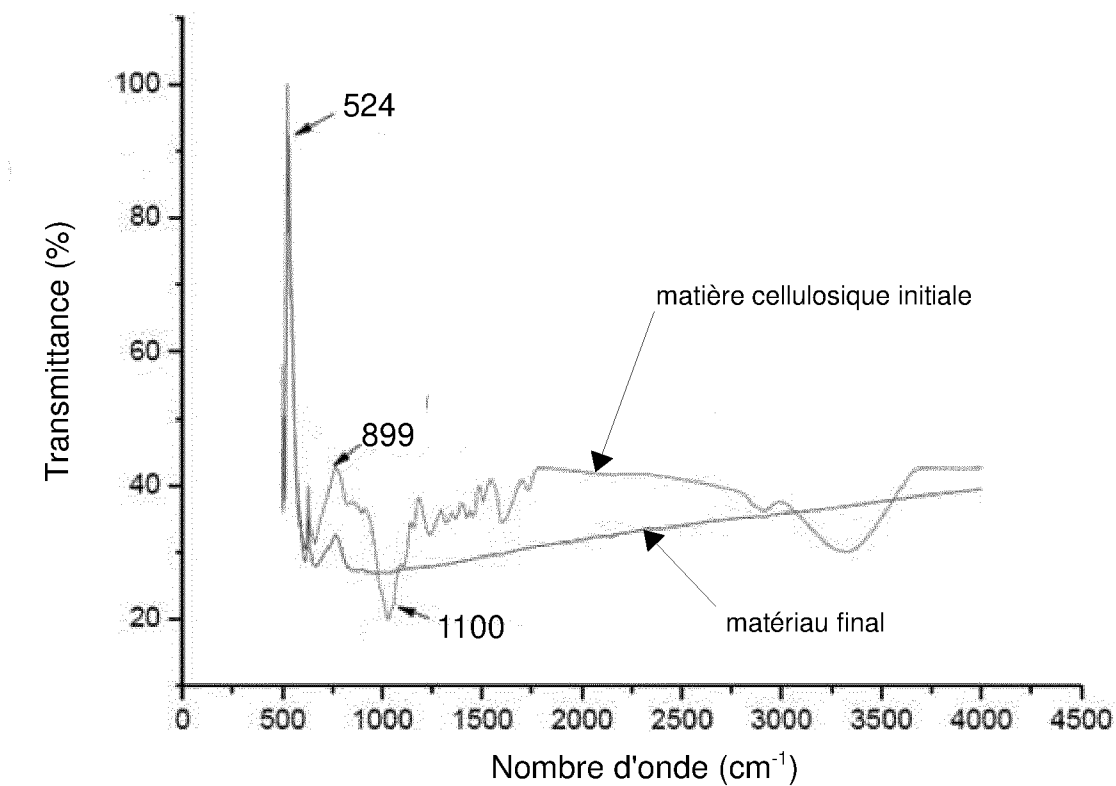


FIG 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2020/054849

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**B27N 3/02**(2006.01)i; **B27N 3/18**(2006.01)i; **B27N 3/20**(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B27N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 3189950 A1 (FLOORING TECHNOLOGIES LTD [MT]) 12 July 2017 (2017-07-12)	1-4,6-10
Y	paragraphs [0027], [0028], [0034], [0035], [0051]; claims 1,11-13	1



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

30 April 2020

Date of mailing of the international search report

13 May 2020

Name and mailing address of the ISA/EP

European Patent Office
p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk
Netherlands

Telephone No. (+31-70)340-2040

Facsimile No. (+31-70)340-3016

Authorized officer

Baran, Norbert

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2020/054849

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2012069736 A1 (TOULOUSE INST NAT POLYTECH [FR]; THEGREENFACTORY [FR] ET AL.) 31 May 2012 (2012-05-31) cited in the application claims 1,3,4; example 3 page 1, paragraphs 1,3 page 3, paragraph 1 page 5, paragraph 5 page 6, paragraphs 5,6 page 7, paragraphs 1,3 page 8, paragraph 7 page 9, paragraph 1 page 11, paragraphs 1,5 page 12, paragraphs 1,3,5 page 13, paragraph 1-4 page 14, paragraph 3 page 15, paragraphs 1,5 page 17 - see "la figure 2..."; page 17, paragraph 4	1-5,9-11
Y	WO 2017108130 A1 (GOODHOUT HOLDING B V [NL]) 29 June 2017 (2017-06-29) claims 1,2,5,8,10,11,14,17	1-5,9-11

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/EP2020/054849

Patent document cited in search report				Publication date (day/month/year)				Patent family member(s)				Publication date (day/month/year)			
EP	3189950	A1		12 July 2017				EP	3189950	A1		12 July 2017			
								ES	2687386	T3		24 October 2018			
								PL	3189950	T3		31 December 2018			
WO	2012069736	A1		31 May 2012				EP	2643132	A1		02 October 2013			
								FR	2967690	A1		25 May 2012			
								WO	2012069736	A1		31 May 2012			
WO	2017108130	A1		29 June 2017				BR	112018013085	A2		11 December 2018			
								CN	108698250	A		23 October 2018			
								EP	3393734	A1		31 October 2018			
								JP	2019502580	A		31 January 2019			
								KR	20180100143	A		07 September 2018			
								PH	12018501364	A1		18 February 2019			
								SG	11201805427U	A		30 July 2018			
								US	2020139577	A1		07 May 2020			
								WO	2017108130	A1		29 June 2017			

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2020/054849

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. B27N3/02 B27N3/18 B27N3/20 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) B27N		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	EP 3 189 950 A1 (FLOORING TECHNOLOGIES LTD [MT]) 12 juillet 2017 (2017-07-12)	1-4,6-10
Y	alinéas [0027], [0028], [0034], [0035], [0051]; revendications 1,11-13 ----- -/--	1
☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités:		
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
30 avril 2020		13/05/2020
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale		Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Baran, Norbert

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	WO 2012/069736 A1 (TOULOUSE INST NAT POLYTECH [FR]; THEGREENFACTORY [FR] ET AL.) 31 mai 2012 (2012-05-31) cité dans la demande revendications 1,3,4; exemple 3 page 1, alinéas 1,3 page 3, alinéa 1 page 5, alinéa 5 page 6, alinéas 5,6 page 7, alinéas 1,3 page 8, alinéa 7 page 9, alinéa 1 page 11, alinéas 1,5 page 12, alinéas 1,3,5 page 13, alinéa 1-4 page 14, alinéa 3 page 15, alinéas 1,5 page 17 - voir "la figure 2..."; page 17, alinéa 4 -----	1-5,9-11
Y	WO 2017/108130 A1 (GOODHOUT HOLDING B V [NL]) 29 juin 2017 (2017-06-29) revendications 1,2,5,8,10,11,14,17 -----	1-5,9-11

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2020/054849

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 3189950 A1	12-07-2017	EP 3189950 A1 ES 2687386 T3 PL 3189950 T3	12-07-2017 24-10-2018 31-12-2018
WO 2012069736 A1	31-05-2012	EP 2643132 A1 FR 2967690 A1 WO 2012069736 A1	02-10-2013 25-05-2012 31-05-2012
WO 2017108130 A1	29-06-2017	BR 112018013085 A2 CN 108698250 A EP 3393734 A1 JP 2019502580 A KR 20180100143 A PH 12018501364 A1 SG 11201805427U A WO 2017108130 A1	11-12-2018 23-10-2018 31-10-2018 31-01-2019 07-09-2018 18-02-2019 30-07-2018 29-06-2017