



NUMERO DE PUBLICATION : 1003585A5

NUMERO DE DEPOT : 9000655

MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

Classif. Internat.: B27N C08L

Date de délivrance : 28 Avril 1992

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d' invention, notamment l' article 22;

Vu l' arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d' invention, notamment l' article 28;

Vu le procès verbal dressé le 26 Juin 1990 à 15h05
à l' Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : BORDEN INC.
East Broad Street 180 Columbus, OHIO 43215(ETATS-UNIS D'AMERIQUE)

représenté(e)(s) par : VOSSWINKEL Philippe, BUREAU GEVERS S.A., Rue de Livourne 7 -
B 1050 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE DE LIAISON DE MATIERE LIGNOCELLULOSIQUE AVEC DES ESTERS GAZEUX.

INVENTEUR(S) : Hickson Charles Hamilton, Buehlers Drive 550, Delaware, Ohio 43015 (US)

Priorité(s) 26.06.89 US USA 371457

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l' invention, sans garantie du mérite de l' invention ou de l' exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeur(s).

Bruxelles, le 28 Avril 1992
PAR DELEGATION SPECIALE :

WUYTS L.
Directeur

**"Procédé de liaison de matière lignocellulosique
avec des esters gazeux".**

La présente invention est relative à un procédé de liaison de matière lignocellulosique, telle que fibres, paillettes, copeaux et brins afin de fabriquer des panneaux, tels que des panneaux de fibres agglomérées, des panneaux en stratifié, des panneaux de copeaux agglomérés, des panneaux de brins agglomérés et des cartons durs. Plus particulièrement, le procédé utilise un catalyseur d'ester gazeux, généralement en combinaison avec une injection de vapeur dans une presse.

Les résines phénoliques sont largement utilisées comme adhésifs et liants dans un grand nombre de produits, notamment les produits en bois structuraux, tels que les panneaux de particules agglomérées, les panneaux de fibres agglomérées, les panneaux de brins agglomérés orientés etc. Ces résines phénoliques sont d'une manière générale des liants de résol de phénol-formaldéhyde aqueux. L'utilisation de ces liants est à présent limitée par la vitesse de durcissement du liant dans les presses chaudes. Plus récemment, on a employé des procédés utilisant l'injection de vapeur vive dans la natte de fibres comme faisant partie du cycle de la presse chaude. L'utilisation d'injection de vapeur dans une presse chaude permet un durcissement plus rapide du liant comparativement à l'utilisation d'une presse chaude isolément. Toutefois, les résines phénoliques se sont révélées d'une manière générale inutilisables dans les presses d'injection de vapeur. Ceci est dû au ressuage de résine phénolique lors de l'application de la pression de vapeur. La résine phénolique s'amincit en un liquide écoulable, pénètre dans la composition de fabrication et migre vers les bords du panneau, en laissant un centre privé de résine avec de faibles propriétés physiques. De plus, même avec la pression d'injection de vapeur, le durcissement de la résine phénolique est sensiblement plus lent qu'avec des liants d'isocyanate.

Dans la production de panneaux à partir de matière lignocellulosique, on mélange un liant phénolique, par exemple un résol de phénol-formaldéhyde, avec les particules de bois pour former une natte. La natte est ensuite placée entre deux plaques et pressée en le panneau composite. Habituellement, au cours du pressage, de la chaleur est amenée à la natte pour la plastifier, en rendant ainsi la natte plus facile à comprimer et également pour durcir le liant thermodurcissable. Le temps écoulé pour le pressage est l'étape majeure dans la production de panneaux composites.

Des procédés ultérieurs pour la production de tels panneaux consistent à injecter directement de la vapeur dans la natte. Ces procédés sont décrits dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3.280.237 du 18 octobre 1983, le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3.891.738 du 24 juin 1975, le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.393.019 du 12 juillet 1983 et le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.517.147 du 14 mai 1985. De plus, des procédés d'injection de vapeur sont décrits dans Proceedings, 16th International Particleboard Symposium, W.S.U., 1982, dans un article de R.L. Geimer, pages 115-134, intitulé "Steam Injection Pressing" et dans un autre article de R. L. Geimer et E. W. Price, pages 367-384 dans Proceedings, 20th International Particleboard/Composite Materials Symposium, W.S.U., 1986, intitulé "Steam Injection Pressing - Large Panel Fabrication With Southern Hardwoods". Ces procédés d'injection de vapeur sont encore lents lors de l'utilisation de résines phénoliques comparativement aux isocyanates et, comme mentionné précédemment, le constituant phénolique est généralement extrait du produit de fabrication.

Le brevet allemand n° 2.312.159 du 19 septembre 1974 concerne un procédé de pressage de panneaux de copeaux agglomérés dans lequel une ou deux plaques de pressage sont pourvues d'ouvertures par lesquelles des milieux fluides peuvent être injectés ou introduits, qui influencent le temps de pressage ou la qualité des panneaux de copeaux agglomérés. L'injection peut être effectuée périodiquement suivant un plan horaire.

Dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.393.019 susmentionné, on mentionne l'utilisation d'un catalyseur gazeux injecté dans la natte conjointement à l'injection de vapeur pour accélérer le durcissement. Ce brevet précise que le durcissement des résines
5 phénoliques peut être catalysé par de l'ammoniac et des amines fortes, telles que la triméthylamine.

D'une manière générale, on connaît bien divers catalyseurs liquides pour l'accélération ou le durcissement de résines phénoliques dans les produits à base de bois, tels que les liquides
10 ayant une fonctionnalité d'ester, comme on peut le voir dans les publications suivantes : brevet allemand n° 1.653.266 du 11 janvier 1967, brevet français n° 1.550.847 du 11 janvier 1987, brevet allemand n° 1.065.605 du 17 septembre 1959, brevet américain n° 3.949.149 du 6 avril 1976 et la publication de brevet japonais (Sho) n° 49-40392
15 du 15 avril 1974. De plus, la demande de brevet américain n° 149.102 du 27 janvier 1988 et les demandes de brevet dont elle découle de Detlefsen et coll., ainsi que la demande de brevet américain n° 102.665 du 30 septembre 1987 de Stratton et coll., concernent l'utilisation de composés liquides ayant une fonctionnalité d'ester. Les esters
20 liquides, tels que ceux cités dans la demande de brevet de Detlefsen peuvent être utilisés avec des résines phénoliques dans la presse d'injection de vapeur. Toutefois, lorsque la vapeur est appliquée, l'ester provoque un épaississement de la résine et, dans certains cas, la résine phénolique commencera à s'épaissir avant l'application de vapeur,
25 si la durée du dégazage après application est suffisamment longue. Le gazage de moules de fonderie qui utilise des résines phénoliques comme liants avec un grand nombre des mêmes esters que ceux de la présente invention, est décrit dans le brevet américain (Reissue) n° 32.710 du 26 juillet 1988 de Lemon et coll.

La présente invention est relative à un procédé
30 pour accélérer le durcissement de résines de résol de phénol-formaldéhyde (résines PF) alcalines, aqueuses dans des nattes lignocellulosiques pour la production de cartons ou panneaux composites par l'utilisation d'agents de durcissement d'ester sous forme gazeuse. Les agents
35 de durcissement formés d'esters utilisés dans le cadre de la présente

invention ont d'une manière générale un point d'ébullition ne dépassant pas environ 85°C. Les esters peuvent être appliqués isolément ou en combinaison avec les plaques chauffées et la vapeur. Suivant une forme de réalisation préférée, une natte de matière lignocellulosique contenant une résine PF est placée entre des plaques chauffées d'une presse utilisable pour l'injection de vapeur dans la natte. La vapeur saturée est ensuite injectée dans la natte à partir de ces plaques pendant que la natte est pressée à une densité et une épaisseur intermédiaires, la natte est ensuite comprimée entre ces plaques à une densité supérieure et une épaisseur inférieure pour la consolider davantage, la natte est ensuite gazée avec l'ester en une quantité suffisante pour durcir au moins une partie de la résine et de la vapeur à haute pression est injectée dans la natte à partir des plaques précitées pour durcir davantage la résine ou libérer le formaldéhyde. Le temps de pressage pour la formation de panneaux suivant la présente invention est très court, généralement inférieur à environ 100 secondes pour un panneau de 19 mm, par exemple un panneau de brins agglomérés orientés.

Par conséquent, un but de la présente invention consiste à prévoir un procédé rapide pour le durcissement des nattes lignocellulosiques avec des liants formés de résines PF. Un autre but consiste à durcir ces nattes contenant un liant de résine phénolique très rapidement avec des esters sous forme gazeuse ayant un point d'ébullition inférieur à 85°C. Suivant ce procédé, la natte peut être ramollie par la chaleur provenant des plaques avant le durcissement avec l'ester, ou bien le ramollissement de la natte peut être réalisé avec de la vapeur en même temps que les plaques chauffées avant le gazage avec l'ester. Suivant un procédé préféré, l'ester est injecté dans la natte avec un support de vapeur. Encore un autre but de la présente invention consiste à prévoir des panneaux composites utilisant des liants de résine PF présentant de bonnes propriétés physiques en ne libérant que de petites quantités de formaldéhyde.

La figure unique est un schéma représentant des éléments dans le système de gazage à base d'ester.

Les panneaux composites de la présente invention sont faits de matière lignocellulosique sous forme de fibres, sous la forme de paillettes, sous forme particulière, sous la forme de brins ou d'autres formes connues dans l'industrie, et produisent des cartons
5 ou panneaux, du type panneau de fibres agglomérées, panneau gaufré, panneau de brins agglomérés, panneau en stratifié, panneau de particules agglomérées, etc.

La présente invention résout les problèmes provenant de l'utilisation de presses de vapeur pour le durcissement de panneaux
10 composites lignocellulosiques avec un liant de résine phénolique et permet un durcissement plus rapide que les durcissements atteignables jusqu'à présent. Les problèmes de la technique antérieure, tels que le ressuage de la résine phénolique, sont éliminés par le gazage avec les esters. Le gazage permet un durcissement très rapide du liant
15 de résine phénolique tout en conférant en même temps les avantages inhérents à la presse d'injection de vapeur. Suivant la présente invention, la résine phénolique et l'agent de durcissement gazeux sont ajoutés séparément et, par conséquent, il n'y a pas d'épaississement ou de durcissement partiel de la résine comme c'est le cas lors de
20 l'addition d'esters liquides à la résine liquide avant vaporisation sur le produit de fabrication. La mise en contact de l'agent de durcissement et de la matière phénolique se produit dans le cadre de la présente invention après que la natte soit dans la presse sous une certaine pression. Ceci signifie que la durée de prédurcissement du
25 mélange du produit ou de la matière de fabrication et de la résine phénolique est prolongée. Les agents de durcissement gazeux de la présente invention se durcissent suivant pratiquement le même délai que les isocyanates, c'est-à-dire presque instantanément. L'utilisation des agents de durcissement formés d'esters gazeux pourrait éliminer
30 le danger pour la santé que représente les isocyanates.

La figure représente une schématisation d'une forme de réalisation de système de pressage utilisé dans le cadre de la présente invention. Elle montre une paire de plaques de presse 10, 12
35 espacées par une ouverture. D'une façon caractéristique, les plaques de presse sont des grandes plaques métalliques essentiellement planes

fixées à une structure de support, et comporte des conduits internes pour la circulation de gaz. Les plaques sont aménagées et incorporées dans un système de pressage à chaud essentiellement suivant des méthodes connues. L'une des plaques ou les deux plaques d'une paire opposées peuvent se rapprocher et s'éloigner l'une de l'autre afin d'ouvrir et de fermer la presse. Lorsque la presse est ouverte, la natte 8 de matière composite, comprenant les particules composites ou le produit enrobés du liant de résine phénolique, est introduite dans la presse par des moyens de chargement connus (non représentés) et déposée au-dessus de la plaque inférieure 12. D'une façon caractéristique, les plaques sont ouvertes et fermées par un moyen de fermeture approprié utilisant des cylindres hydrauliques, tels que le bélier 22 d'un cylindre (non représenté).

A l'endroit d'un poste de formation amont (non représenté), la matière lignocellulosique et la résine phénolique sont amenées sous la forme d'une natte ayant le poids de base prédéterminé afin d'obtenir une natte faiblement compactée 8 avec la densité apparente appropriée pour le pressage en panneaux qui auront une épaisseur et une densité prédéterminées. Les plaques 10, 12 peuvent être chauffées par une paire de plateaux de support 14 et 16 au travers desquels de la vapeur ou de l'huile chaude circule respectivement au moyen de conduits d'entrée 18 et 20 et de conduits de sortie 24 et 25. Ces plateaux de support fournissent la chaleur aux plaques 10 et 12 et les températures des plaques 10 et 12 peuvent varier entre environ la température ambiante et environ 232°C ou de préférence entre environ 149°C et 216°C. Les faces opposées des plaques 10, 12 sont sensiblement identiques et comportent une série d'ouvertures 26 reliées à une source de gaz 32, 34 au moyen de collecteurs 27, 28, 29 et 30 de manière à ce que le gaz, grâce à des conduits (non représentés) dans les plaques 10 et 12, s'écoule par les ouvertures 26 de l'une ou des deux plaques dans la natte 8.

Les divers gaz, tels que de la vapeur à haute pression ou saturée, et l'ester gazeux, seul ou dans un agent porteur, sont introduits dans la natte 8 par les vannes 70 et 72, les conduits 32, 34 et les collecteurs 27, 28, 29 et 30 de la source 36 pour la vapeur

saturée, de la source 44 pour la vapeur à haute pression et de la source 48 pour l'agent de durcissement.

Le système de vannes sert à commander l'application de gaz, le type de gaz, sa pression aux surfaces de la natte et sa durée. Un moyen de détection de température (non représenté) 5 contrôle la température des plaques et des gaz. Le système de vannes, le moyen de fermeture de la presse et la pression du système de vapeur ou de tout autre gaz peuvent être commandés et programmés par un petit ordinateur ou avec l'utilisation de plusieurs microproces- 10 seurs. Le moyen de fermeture de presse agit en déplaçant les plateaux de support 14 et 16 qui à leur tour déplacent les plaques 10 et 12 d'une manière commandée de la position ouverte à la position totalement fermée de la presse avec la possibilité de maintenir les positions et de faire varier les vitesses de fermeture afin de réaliser les étapes 15 de la présente invention. La position fermée de la presse est la position dans laquelle la natte a été comprimée à son épaisseur sous presse prédéterminée finale. Le système de vannes commande également l'aération et l'application du vide aux surfaces de la natte. Une vanne de commande d'alimentation en vapeur saturée 54 permet à la vapeur 20 d'entrer à une température et une pression prédéterminées appropriées dans le système de pressage de la source 36 par le conduit 56. Un dispositif de mesure approprié dans le conduit 60, représenté d'une manière schématique en 58, sert à détecter la pression et la température afin de contrôler de façon adéquate la source de vapeur 36. 25 Un moyen de mesure de débit 62 détecte le débit de la vapeur saturée dans le conduit 60. A la jonction en T du conduit 60, le conduit de vapeur saturée 66, par l'intermédiaire de la vanne 70 ainsi que du conduit de gaz 67, du conduit 32 et des collecteurs, est dirigé vers la plaque supérieure 10 et un conduit de vapeur 68 est dirigé vers 30 la plaque inférieure 12 par l'intermédiaire de la vanne 72, du conduit de gaz 69, du conduit 34 et des collecteurs 29 et 30. Les vannes de gaz 70 et 72 servent à ouvrir et fermer les conduits 66, 68 ainsi que les conduits 37, 47, 39 et 49 lorsque divers gaz sont demandés. Le conduit 66, par l'intermédiaire de la vanne 70 et du conduit 67, 35 donne dans le conduit 32, qui est ensuite divisé en un autre joint

en T et les conduits ou collecteurs 27 et 28 sont dirigés vers des faces opposées de la plaque supérieure 10. La température et la pression d'entrée de gaz de la plaque supérieure sont mesurées par un moyen approprié quelconque (non représenté). La température de la plaque est également mesurée et contrôlée puisqu'elle est maintenue à une température de quelques degrés de plus que la température de vapeur d'injection maximale pour empêcher la condensation de vapeur dans la plaque.

La vapeur provenant du conduit 68, par l'intermédiaire de la vanne 72 et du conduit de gaz 69, passe dans le conduit 34 qui est également divisé en conduits ou collecteurs de circulation séparés 29, 30, qui sont dirigés vers des faces opposées de la plaque inférieure 12. D'une façon similaire, comme avec la plaque supérieure 10, la température, la pression du gaz d'entrée et la température de la plaque sont détectées à des fins de contrôle et des signaux appropriés sont envoyés au système de commande de processus. Les vannes de sortie 74, 76 sont commandables et lorsqu'elles sont ouvertes, elles connectent les plaques au conduit de sortie 78, qui est dirigé vers une vanne à trois voies 80, qui est soit ouverte vers une source de vide 40 soit mise en communication avec l'atmosphère en 38.

Le conduit 82 sert à dévier le condensat développé dans les divers conduits de gaz qui sont commandés par les vannes 70, 72. Relié au conduit de vapeur 60 après la vanne d'alimentation 54 se trouve un conduit 86 qui mène à une vanne de sûreté 76.

De la vapeur à haute pression est également laissée dans les vannes 70 et 72 qui, à leur tour, conduisent éventuellement le fluide respectivement dans les plaques supérieure et inférieure 10, 12, respectivement par les conduits de dérivation 37 et 39, qui partent du conduit 41. La vapeur dans le conduit 41 est commandée par la vanne 42 à la source de vapeur de haute pression 44. Ces conduits de vapeur à haute pression comportent également des contrôles, des jauges, des vannes de sécurité et sont commandés par la vanne 42 par un moyen de commande (non représenté).

La référence numérique 50 représente une source de gaz porteur, telle que de la vapeur saturée, de la vapeur à haute

pression, de l'air ou de l'azote, qui peut passer par la vanne 52 vers la source de durcissement d'ester 48, où elle prélève l'ester et l'amène dans le conduit 46. Le conduit 46 comporte un premier joint en T avec une branche allant vers la vanne de plaque supérieure 70 et éventuellement vers la plaque supérieure 10, la seconde branche allant vers la vanne 72 et éventuellement vers la plaque inférieure 12. Comme avec les autres gaz introduits dans les plaques 10 et 12, l'ester ou l'ester en même temps qu'un gaz porteur, tel que de la vapeur est injecté dans la natte ou le produit 8 par les ouvertures 26 des plaques supérieure et inférieure. L'on n'a pas représenté la température, la pression et les vannes de sécurité dans le système de durcissement d'ester, qui sont commandées de la même manière que pour le système de vapeur saturée.

La matière lignocellulosique est liée à une résine de résol phénolique. Ces résines sont habituellement utilisées dans la fabrication de produits de bois structuraux. D'une manière caractéristique, le rapport molaire du formaldéhyde ou de tout autre aldéhyde au phénol ou de tout autre dérivé phénolique dans ces résines phénoliques est d'environ 1,5/1 à 3/1. La résine est sous la forme d'une solution aqueuse et a une alcalinité, c'est-à-dire qu'elle contient une base, de l'ordre de 0,5 % à environ 15 %, de préférence de 1 % à 12 %, et en particulier de 2 % à 8 %, par rapport au poids de la solution de résine, lorsque la base est l'hydroxyde de sodium. Lorsque l'on utilise une base différente, l'alcalinité est proportionnellement équivalente sur une base pondérale molaire. A titre d'exemple, pour atteindre une alcalinité d'un poids équivalent d'hydroxyde de sodium de 4 %, 4 g d'hydroxyde de sodium dans 100 g de solution de résine sont nécessaires, mais 5,61 g d'hydroxyde de potassium dans 100 g de la solution de résine sont nécessaires pour atteindre la même alcalinité. Une quantité additionnelle de base peut être ajoutée à une résine de résol du commerce afin d'amener celle-ci à l'alcalinité désirée. La base peut être un composé de métal alcalin ou de métal alcalino-terreux, tel qu'un hydroxyde ou oxyde.

La solution de résine phénolique utilisée dans le cadre de la présente invention aura une teneur en matières solides

de résine d'environ 40 % à 75 % en poids, de préférence d'environ 40 % à 60 %. D'une manière générale, la viscosité sera telle qu'elle permettra de vaporiser la solution de résine phénolique sur le produit ou par ailleurs d'enduire les particules de produit, comme on le fait de la façon usuelle dans la technique. C'est ainsi que la viscosité
5 variera généralement d'environ 100 à environ 250 centipoises à 25°C, telle que déterminée par un viscosimètre Brookfield RVF avec une broche numéro 2 à 20 tours par minute à 25°C.

Les "résines phénoliques" utilisées dans le cadre
10 de la présente invention sont les résines qui peuvent être obtenues par la réaction de phénol, de crésol, de résorcinol, de 3,5-xylénol, de bisphénol A, d'autres phénols substitués ou de leurs mélanges avec des aldéhydes, tels que le formaldéhyde, l'acétaldéhyde ou le furaldéhyde. La réaction du phénol ou du dérivé phénolique avec l'aldéhyde
15 pour les résines phénoliques utilisées dans le cadre de la présente invention se fait en présence de substances alcalines, telles que l'hydroxyde de sodium ou de potassium.

La quantité de résine phénolique utilisée comme
liant pour la matière lignocellulosique dépendra d'une manière générale
20 des caractéristiques requises dans le produit final. D'une manière générale, la quantité de liant peut varier d'environ 2 % à environ 8 % de matière solide de résine par rapport au poids sec de panneau fini. On peut utiliser plus de 8 % de matière solide de résine, mais une quantité plus grande n'est en fait pas intéressante pour une question
25 de coût. Le liant PF utilisé dans le cadre de la présente invention est d'une manière générale composé de la résine de résol de phénolaldéhyde, d'eau et d'une matière basique, telle que l'hydroxyde de sodium.

L'agent de durcissement d'ester pour la résine PF
30 a un point d'ébullition inférieur à 85°C. D'une manière générale, ce sont des formiates ou acétates d'alkyle inférieur avec un total de 2 à 4 atomes de carbone. Comme exemple d'agent de durcissement d'ester on peut mentionner le formiate de méthyle, l'acétate de méthyle, le propionate de méthyle, le formiate d'éthyle, l'acétate d'éthyle
35 et leurs mélanges. Au moins une partie du durcissement pour la résine

PF est réalisée par le gazage avec l'ester. L'ester ne sera habituellement pas utilisé comme gaz pur, mais sous la forme de vapeur ou d'aérosol dans un gaz porteur inerte. Par "gaz porteur inerte" on entend un gaz qui n'aura pas d'effet défavorable sur la réaction de durcissement ou sur les propriétés du produit. Des gaz porteurs inertes appropriés sont, par exemple, l'air, l'azote et la vapeur d'eau.

La quantité de catalyseur d'ester utilisée pour durcir la résine phénolique est d'environ 5 % à 60 % par rapport au poids du liant PF. Le catalyseur d'ester est de préférence le formiate de méthyle et il est utilisé en une quantité d'environ 20 % par rapport au poids de la solution de résine phénolique. Afin d'entraîner une quantité suffisante d'ester dans la phase gazeuse pour effectuer le durcissement, l'ester est chauffé à une température proche de son point d'ébullition et est porté par un courant du gaz porteur, qui est également préchauffé, par exemple à environ 100°C. Le gaz porteur préféré est la vapeur d'eau.

Une alternative à la vaporisation réelle de l'ester consiste à former un aérosol dans le gaz porteur, bien que le formiate de méthyle se révèle tellement volatil qu'il rend cette opération peu pratique si c'est le catalyseur que l'on doit utiliser. Un avantage pratique pour l'utilisation des agents de durcissement d'ester, en particulier le formiate de méthyle, est leur toxicité relativement faible et le fait que leur toxicité est bien comprise.

La concentration du catalyseur d'ester dans le gaz porteur est de préférence d'au moins 0,2 % en volume, et d'une manière caractéristique de 0,5 % à 5 % en volume. La quantité totale de catalyseur utilisé sera d'une manière caractéristique de 5 % à 60 %, de préférence de 15 % à 35 %, par rapport au poids de la solution de résine phénolique. Le temps requis pour un gazage adéquat dépend de la taille de la natte lignocellulosique, de la résine particulière utilisée ainsi que de l'agent de durcissement d'ester spécifique et des températures impliquées. Toutefois, le temps mis pour obtenir un gazage adéquat avec l'ester peut atteindre 0,1 seconde, mais il est plus habituellement de l'ordre de 0,5 seconde à 20 secondes. L'excès d'agent d'ester peut être récupéré, par exemple en effectuant

un vide sur la natte comprimée pendant qu'elle est dans la presse. Une autre méthode de récupération de l'ester consiste à n'injecter celui-ci que par la plaque inférieure, et à laisser le gaz inutilisé monter à travers la natte jusqu'aux ouvertures de la plaque supérieure pour
5 pouvoir le recueillir sous vide. Ou bien, seule la quantité nécessaire ou un léger excès de l'ester peut être utilisé de manière à ce qu'il y ait peu ou pas d'excès d'agent de durcissement à récupérer.

On estime que la réduction du temps de pressage d'une seconde dans une installation de fabrication de panneaux de
10 particules sur la base d'une épaisseur de 19 mm et d'une superficie de 58.059 m² par an peut conduire à une augmentation de 35.000 dollars des ventes annuelles. Comme exemple d'amélioration du temps de durcissement pour un panneau de brins agglomérés orientés d'une épaisseur de 19 mm lié avec une résine phénolique, on obtient un
15 temps de pressage d'environ 7 minutes avec les plaques chauffées conventionnelles, 6 à 6 minutes et demie avec un agent de durcissement d'ester liquide dans les plaques chauffées conventionnelles, environ 2 minutes dans une presse d'injection de vapeur et on estime que le temps de pressage n'est que de l'ordre de 50 secondes avec
20 les agents de durcissement formés d'esters gazeux.

Encore un autre avantage de la présente invention, lors de l'application de vapeur d'eau à la natte après le gazage avec l'ester, est que les émissions de formaldéhyde peuvent être réduites. Encore un autre avantage important est celui du durcissement des
25 panneaux épais, tels que de 12,7 cm à 16,5 cm ou même des panneaux plus épais, en un laps de temps très court.

Le temps de pressage de la présente invention est très court et peut varier d'environ 20 secondes à 120 secondes, de préférence de 40 à 80 secondes pour un panneau d'une épaisseur de
30 19 mm. Le temps de pressage est défini ici comme commençant au moment où la natte a été comprimée dans la presse à une densité de 320 kg/m³ ou au moment où la vapeur est d'abord injectée, si cette opération se produit avant d'atteindre 320 kg/m³ et finissant au moment où la presse commence à s'ouvrir. De préférence la vapeur
35 est injectée dans la natte d'une manière conventionnelle, tel qu'avant

la compression de la natte à une densité de 432 kg/m^3 . De même, la densité finale de la natte et la pression du panneau sont ceux qui sont usuels dans la technique de formation de panneaux composites.

La description suivante illustre davantage la présente invention pour la fabrication d'un panneau composite d'une épaisseur de 19 mm. Du bois arrondi (tremble ou gomme) est broyé sous la forme de copeaux ou brins et séché dans un sécheur avec une température d'entrée de 482°C et une température de sortie de 316°C . Il y a normalement trois passages du produit dans le sécheur avec un dégazage total de 1 minute. L'humidité moyenne du produit venant dans le sécheur est de 30 % à 40 % et sortant est de 2 % à 5 %. Le produit est alors envoyé au mélangeur pour l'application de la solution de résine phénolique. L'application de la solution de résine phénolique constitue de manière caractéristique environ 3,4 %, et se fait sous la forme d'un fin brouillard et le produit pulvérisé est transféré aux éléments de mise en forme. La résine phénolique utilisée peut être du CASCOPHEN IN-14. Cette résine phénolique est un produit de Borden Packaging & Industrial Products, une Division de Borden, Inc. et a un rapport molaire du formaldéhyde au phénol de 2,3 à 2,4, une teneur en matières solides de résine de 56 % et une viscosité (Brookfield RVF n° 2/20 tours par minute/ 25°C) de 175 ± 75 et un poids spécifique $25^\circ/25^\circ\text{C}$ de $1,247 \pm 0,010$. A l'endroit des éléments de mise en forme, la couche est appliquée et orientée dans la direction de la machine. La partie centrale est alors appliquée et celle-ci est orientée dans la direction transversale à la machine, suivie de la face orientée dans la direction de la machine. L'orientation peut être mécanique ou électrostatique. Cette natte stratifiée, qui peut être comprimée à une densité d'environ 128 à environ 320 kg/m^3 , est ensuite envoyée à la presse. La natte est placée sur la plaque inférieure et la plaque supérieure est abaissée juste avant d'atteindre l'épaisseur finale, c'est-à-dire juste avant d'atteindre les arrêts de la presse et à une densité de natte d'environ 368 kg/m^3 . Les plaques sont chauffées à une température de 227°C . Ensuite de la vapeur à basse pression de 1 à 2 atmosphères est injectée dans la natte à la fois par les plaques supérieure et inférieure pendant une période

d'environ 6 secondes. La presse est ensuite amenée jusqu'à ses arrêts
complets, c'est-à-dire l'épaisseur sous presse finale de la natte, ce
qui implique généralement plus de 513 kg/m^3 de densité, et le cata-
lyseur d'ester gazeux entraîné dans la vapeur d'eau à basse pression
5 est injecté dans la natte pendant 2 secondes. L'épaisseur de la natte
est de 19 mm à l'endroit des arrêts complets. La quantité d'ester
utilisée est d'environ 20 % par rapport à la solution de liant de résine
phénolique utilisée dans la natte. Immédiatement après le gazage
à l'ester, de la vapeur à haute pression est appliquée, par exemple
10 à 4 atmosphères pendant 8 secondes. Ensuite, la pression est réduite
pour juste maintenir, sans modifier de façon significative l'épaisseur
de la natte, aux arrêts, et un vide est appliqué pendant 6 secondes
pour enlever une grande partie de la vapeur et des autres gaz. La
presse est ensuite ouverte et le panneau est enlevé. Le temps de
15 pressage impliqué dans cet exemple est d'environ 30 secondes.

Il doit être entendu que la présente invention n'est
en aucune façon limitée aux formes de réalisation ci-dessus et que
bien des modifications peuvent y être apportées sans sortir du cadre
du présent brevet.

20

25

30

35

REVENDECATIONS

1. Procédé de préparation d'un panneau à partir d'une natte de matière lignocellulosique et d'un liant de résol de résine phénolique alcalin, qui comprend :

- 5 (a) le placement de la natte entre des plaques d'une presse dans laquelle au moins l'une des plaques comporte des perforations sur sa face opposée à l'autre plaque pour le passage d'un gaz par ces perforations;
- (b) l'injection de vapeur dans la natte;
- 10 (c) la compression de la natte entre les plaques, les plaques étant chauffées à une température supérieure à 100°C; et
- (d) l'injection d'un ester gazeux ayant un point d'ébullition inférieur à 85°C dans la natte à partir des ouvertures de plaque précitées pour durcir le liant après injection de la vapeur.

15 2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la vapeur est de la vapeur saturée.

3. Procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce que de la vapeur surchauffée est injectée dans la natte après le gazage avec l'ester pendant que la natte est encore sous pression
20 entre les plaques précitées.

4. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'ester est mélangé à de la vapeur avant son injection dans la natte.

5. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé
25 en ce que le liant de résine phénolique est celui produit par la combinaison de phénol et de formaldéhyde.

6. Procédé de préparation d'un panneau à partir d'une natte de matière lignocellulosique et d'un liant de résol de phénol-formaldéhyde alcalin, qui comprend :

- 30 (a) le placement de la natte entre des plaques perforées chauffées jusqu'au moins 100°C, ces perforations permettant le passage d'un gaz;
- (b) la compression de la natte entre les plaques à une première densité dans une gamme de densité intermédiaire qui est inférieure à
35 une densité finale et à une première épaisseur dans une gamme d'épaisseur intermédiaire qui est supérieure à la première épaisseur;

- (c) l'injection de vapeur saturée dans au moins une surface importante de la natte à partir des perforations de plaque précitées pendant que la natte se trouve dans les gammes de densité et d'épaisseur intermédiaires;
- 5 (d) la compression de la natte à une densité supérieure et à une épaisseur inférieure pour consolider davantage la natte et l'injection d'un formiate de méthyle ou d'éthyle gazeux à partir de ces perforations de plaque dans la natte en une quantité suffisante pour au moins durcir partiellement le liant; et
- 10 (e) l'injection de vapeur à haute pression dans la natte à partir des ouvertures de plaque précitées pendant que la natte se trouve essentiellement à sa dernière gamme d'épaisseur pour durcir davantage le liant.

7. Procédé suivant la revendication 6, caractérisé en ce que la matière lignocellulosique est sous la forme de brins, de paillettes, de copeaux ou de fibres.

8. Procédé suivant la revendication 7, caractérisé en ce qu'un vide est appliqué par les ouvertures d'au moins l'une des plaques après le durcissement par la vapeur à haute pression.

20 9. Procédé suivant la revendication 6, caractérisé en ce que le gazage d'ester est effectué par un mélange d'ester et de vapeur.

10. Procédé suivant la revendication 9, caractérisé en ce que la période de temps à partir du commencement de l'étape d'application de vapeur saturée jusqu'à l'étape d'application de vapeur à haute pression est inférieure à 2 minutes.

11. Procédé de préparation d'un panneau à partir d'une natte de matière lignocellulosique particulière et d'un liant de résol de phénol-formaldéhyde alcalin dans lequel le liant a un rapport molaire du formaldéhyde au phénol d'environ 2/1 à 2,7/1, une teneur en matières solides de 45 % à 60 % et une alcalinité d'environ 2 % à 8 %, qui comprend :

- (a) le placement de la natte entre des plaques perforées chauffées à une température supérieure à 100°C, ces perforations permettant le passage d'un gaz dans la natte;
- 35

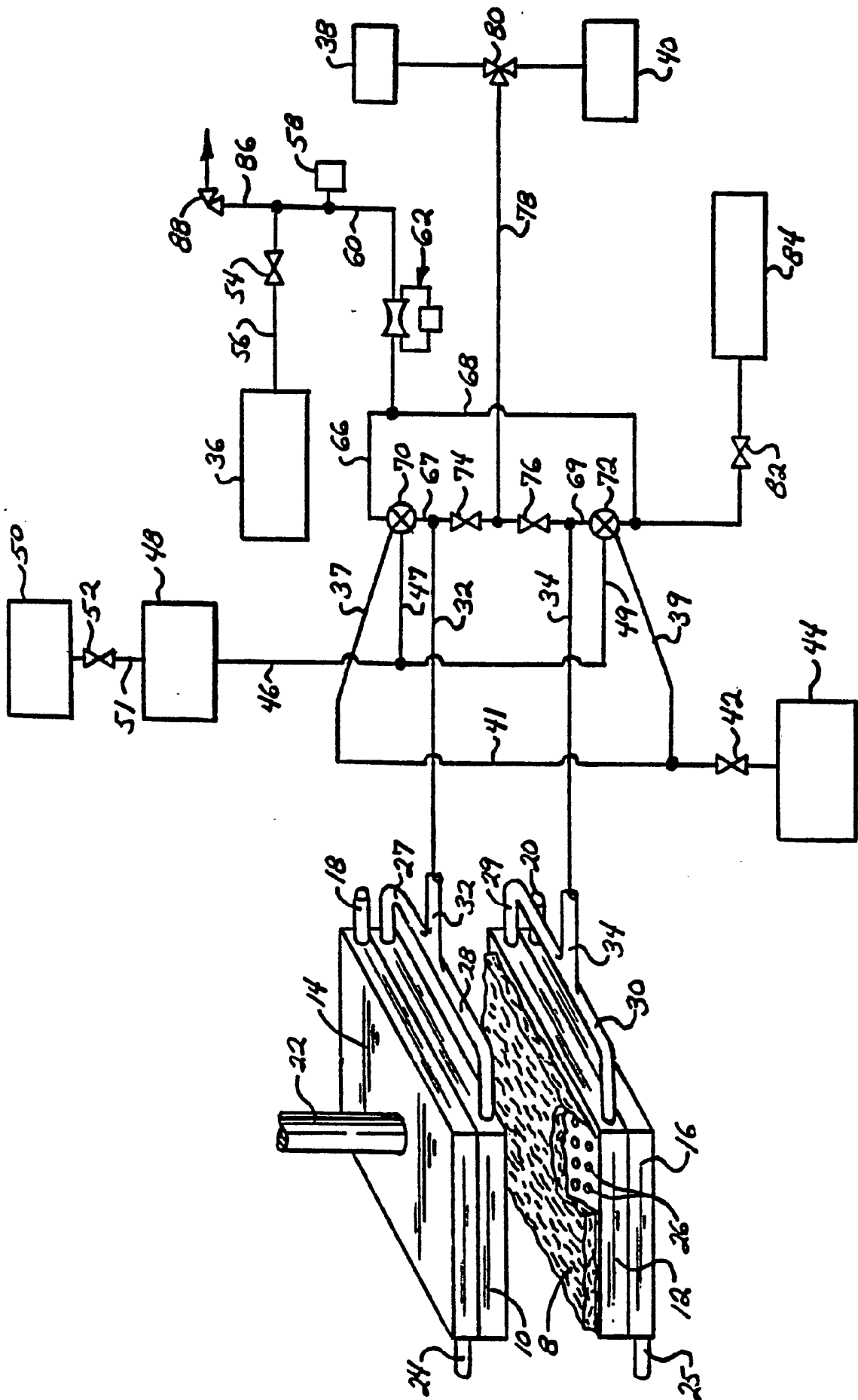
- (b) la compression de la natte entre les plaques à une épaisseur intermédiaire qui est inférieure à l'épaisseur finale de la natte dans la presse;
- 5 (c) l'injection de vapeur saturée dans au moins une surface importante de la natte à partir des perforations de plaque précitées pendant que la natte est à l'épaisseur intermédiaire;
- (d) la compression de la natte à une épaisseur sous presse finale qui est inférieure à l'épaisseur intermédiaire et l'injection d'un mélange de formiate de méthyle porté par de la vapeur à une
- 10 concentration d'environ 0,5 % à 5 % en volume du formiate de méthyle dans la mélange par ces perforations de plaque dans la natte pour durcir le liant; et
- (e) l'injection de vapeur à haute pression dans la natte par ces perforations de plaque après l'injection du mélange d'ester précité
- 15 et pendant que la natte se trouve essentiellement à sa gamme d'épaisseur sous presse finale.

12. Procédé de préparation d'un panneau à partir d'une natte de matière lignocellulosique et d'un liant de résol de résine phénolique alcalin, qui comprend :

- 20 (a) le placement de la natte entre des plaques chauffées d'une presse dans laquelle au moins l'une des plaques comporte des perforations sur sa face opposée à l'autre plaque pour le passage d'un gaz par ces perforations;
- (b) l'injection de vapeur dans la natte;
- 25 (c) la compression de la natte entre les plaques; et
- (d) l'injection d'un ester gazeux ayant un point d'ébullition inférieur à environ 85°C à partir des ouvertures de plaque précitées dans la natte traitée à la vapeur et comprimée pour durcir le liant.

13. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé

30 en ce que l'ester gazeux est du formiate de méthyle.





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BE 9000655
BO 2489

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
Y,D	US-A-4 393 019 (GEIMER) * le document en entier * ---	1-13	B27N3/08 C08L61/06 C08L97/02
Y,D	EP-A-0 086 615 (BORDEN) * page 6, ligne 10 - page 7, ligne 16 * ---	1-13	
Y	GB-A-1 374 332 (BADISCHE ANILIN & SODA FABRIK) * revendications 1,9,10,11 * ---	1-13	
Y,D	EP-A-0 259 042 (BORDEN) * revendications 1,3 * ---	1-13	
Y,D	FR-A-1 550 847 (RHEINPREUSSEN A.G. FÜR BERGBAU UND CHEMIE) * revendications 1,3 * ---	1-13	
A,D	US-A-4 517 147 (TAYLOR ET AL.) * abrégé * ---	1-13	
A,D	US-A-3 280 237 (CORBIN ET AL.) * revendication 1 * ---	1-13	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
A	EP-A-0 267 516 (HELD, KURT) * abrégé * -----	1-13	C08K B27N C08L B22C C08G B30B
LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 02 DECEMBRE 1991	Examineur SOZZI R.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES 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 antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			