



N° 898.275

Classif. Internat.: E04C/B29J/C08L

Mis en lecture le: 16 -03- 1984

LE Ministre des Affaires Economiques,

*Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention;**Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle;**Vu le procès-verbal dressé le 21 novembre 1983 à 15 h. 10*

au Service de la Propriété industrielle

ARRÊTE :

Article 1. - Il est délivré à la Sté dite : CESKOSLOVENSKA AKADEMIE VED
Narodni trida 3, Praha, (Tchécoslovaquie)

repr. par l'Office Biebuyck à Bruxelles

un brevet d'invention pour: Matériau composite à base de particules d'origine
végétale et procédé de fabrication de celui-ci
(Inv. : R. Bares, A. Vasicek et J. Navratil)

qu'elle déclare avoir fait l'objet de demandes de brevet
déposées en Tchécoslovaquie le 19 novembre 1982,
n° PV 8308-82, le 28 décembre 1982, n° PV 9787-82 et le
28 janvier 1983, n° PV 576-83 au nom de R. Bares,
A. Vasicek et J. Navratil dont elle est l'ayant cause

Article 2. - Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans ga-
rantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la
description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention
(mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de
sa demande de brevet.

Bruxelles, le 15 décembre 1983
PAR DELEGATION SPECIALE:

Le Directeur

L. WUYTS

89075

79678/ML.

S 10323

BREVET D' INVENTION

Československá akademie věd

Matériau composite à base de particules d'origine végétale
et procédé de fabrication de celui-ci.

Inventeurs : Richard BAREŠ, Alois VAŠÍČEK et Jan NAVRÁTIL

Convention Internationale : Priorité de trois demandes de
brevets déposées en Tchécoslovaquie le 19 novembre 1982 sous
le No. PV 8308-82, le 28 décembre 1982 sous le No. PV 9787-82
et le 28 janvier 1983 sous le No. PV 576-83, toutes trois aux noms
des inventeurs.

1

Matériau composite à base de particules d'origine végétale et procédé de fabrication de celui-ci

5

10

15

20

25

30

35

La présente invention concerne un matériau composite provenant d'éléments d'origine végétale à base de ligno-cellulose, qui sont liés ensemble par un composé polymérisé dérivé d'un polymère présent dans la matière première par transformation par activation du polymère initial en composé actif capable de réagir et de réaliser une réticulation. L'invention se rapporte également à un procédé de fabrication du dit matériau composite.

Les matériaux composites à base de matières premières végétales, en particulier d'éléments ligneux, de fibres, de copeaux de déchets, de sciure, etc. sont fabriqués actuellement en mélangeant des particules sèches et hydrophores avec différents liants, principalement avec des liants thermo-durcissables, par exemple avec une résine urée-formaldéhyde et en effectuant ensuite un moulage sous pression à une température supérieure à 130°C, s o u s la f o r m e requise d'un élément de construction, essentiellement des panneaux. Ces matériaux sont produits sous diverses formes, qui diffèrent l'une de l'autre par le type de matière première de départ, le type de liant, la pression et la température de moulage. Leur inconvénient commun principal est le dégagement prolongé de produits de décomposition du liant résineux, notamment du formaldéhyde, d'oligomères d'urée avec le formaldéhyde ou de phénol, qui ont des effets cancérigènes ou d'autres effets indésirables sur le métabolisme du corps humain. Comme ces matériaux, et en particulier les panneaux de copeaux, ont pris récemment une importance encore plus grande comme éléments de construction des habitations, ledit inconvénient précité, propre au matériau composite obtenu par les techniques connues antérieures à partir d'éléments végétaux ou de particules, est devenu très grave. La pénétration de ces produits dans l'espace intérieur des bâtiments devrait être interdite par différentes mesures, ce qui augmenterait le coût de la construction.

1 L'assemblage des éléments ligneux se réalise jusqu'à pré-
sent en utilisant des adhésifs de divers types, qui sont appli-
qués sur les surfaces de contact des éléments à assembler. Ou-
tre l'application nécessaire d'une couche d'adhésif sur la sur-
5 face du joint ainsi formé, qui s'effectue soit à froid, soit
à chaud, suivant le type d'adhésif utilisé, le joint doit être
laissé au repos pendant un temps suffisant pour permettre l'évaporation
de l'eau des adhésifs aqueux ou l'évaporation des solvants des
adhésifs contenant un solvant ou encore pour permettre aux ad-
10 hésifs monomères de polymériser, dans certains cas sous pression
et température élevées.

Certains adhésifs sont nocifs pour la santé pendant leur
préparation, ainsi que pendant l'emploi des pièces assemblées
par collage. Ceci s'applique en particulier aux adhésifs conte-
nant du formaldéhyde, qui a des effets cancérigènes et d'au-
15 tres effets indésirables sur le métabolisme humain. Par consé-
quent, l'assemblage par collage du bois et des matériaux ligno-
cellulosiques est encore une opération plutôt lente et, dans
bien des cas, elle exige une consommation d'énergie élevée,
20 en particulier pour la fabrication d'éléments composites avec
de grandes interfaces, notamment le contreplaqué et les placa-
ges à base de bois ou à base de matériaux ligno-cellulosi-
ques.

Un autre inconvénient de ces matériaux composites obtenus
25 suivant la technique antérieure est la complexité du procédé
de fabrication, qui comprend la préparation d'un pré-condensat
et une stricte observation des conditions techniques, qui est
indispensable pour obtenir la qualité désirée des produits.
Par conséquent, les matériaux ne permettent pas une augmenta-
30 tion de la productivité par réduction du cycle de production.
Pendant l'opération de fabrication, notamment pendant le mou-
lage sous pression, des produits de réaction nocifs avec une
teneur en formaldéhyde élevée sont dégagés en concentration
élevée par le matériau moulé. Une autre limitation est égale-
35 ment le prix élevé des objets fabriqués à partir des matériaux
conformes à ladite technique antérieure et qui est dû aux quan-

tités relativement grandes de liant à mettre en oeuvre, celui-ci étant présent dans les objets en quantité comprise approximativement entre 10 et 30% en poids.

Ces limitations sont supprimées avec le matériau composite obtenu à partir d'éléments d'origine végétale à base de matériaux ligno-cellulosiques, conformément à la présente invention, dans laquelle les différents éléments sont liés ensemble par un composé polymère dérivé du polymère initial du matériau ligno-cellulosique de départ, par transformation, par activation du polymère initial en composés actifs capables de réagir, qui sont transformés en un matériau polymérisé final par réticulation.

L'invention se rapporte également à un procédé de fabrication du matériau composite, dans lequel des éléments d'origine végétale à base de matériaux ligno-cellulosiques sont liés ensemble par un liant sous une forme cohérente, par un procédé consistant en l'exposition de la surface d'au moins une partie des dites particules à un effet de dégradation causé par un agent d'activation, cet effet pouvant être augmenté par un catalyseur ou contrebalancé par un agent de neutralisation, l'addition d'au moins un composé choisi dans le groupe comprenant l'alcool furylique, la furylacétone, le furylaldéhyde, les phénols, les pré-condensats du phénol et les thermoplastiques, si cette addition est souhaitée, et le moulage sous pression des éléments ensemble, avec application de chaleur, et durcissement.

L'avantage principal du matériau composite conforme à la présente invention consiste en ce que le liant nécessaire pour lier les éléments individuels adjacents est formé directement à partir du matériau de ces particules au moyen d'un agent d'activation, par exemple l'acide sulfurique, appliqué sur la surface des dites particules. Les objets fabriqués au départ du dit matériau composite, conformément à la présente invention, contiennent exclusivement la matière première et une faible quantité d'agents de désactivation qui sont complètement inoffensifs pour la santé et, outre ceci, le coût de la préparation des liants relativement coûteux est supprimé. La préparation du matériau avant le moulage sous pression s'effectue en une

1 étape et consiste à appliquer l'agent d'activation sur la surface des particules d'origine végétale.

Un autre avantage du procédé conforme à la présente invention est l'utilisation possible d'une matière première qui
5 est pratiquement un déchet, comme par exemple les écorces. Simultanément, la teneur en eau des particules ne doit pas être réduite, contrairement au procédé conforme à la technique antérieure déjà connue, si bien que l'énergie nécessaire pour le séchage de la matière première est épargnée.

10 La fabrication du matériau composite, conformément à la présente invention, consiste dans l'action d'un agent d'activation sur un élément de matière première d'origine végétale afin de dégrader le liant polymérisé initial à poids moléculaire élevé de la matière première en un monomère, suivie d'une
15 neutralisation de l'excès d'agent d'activation, si cela est désirable, et de l'action de la pression et de la chaleur sur les éléments qui sont, au moins en partie, enduits en surface par une couche de ce monomère pour assurer la polymérisation du monomère en un dérivé polymérique, qui lie ensemble les éléments
20 individuels du matériau.

Un agent d'activation peut être ajouté seulement à une fraction des éléments de matières premières d'origine végétale, cette fraction étant mélangée ensuite avec la fraction restante des éléments et un objet étant façonné, sous une forme cohé-
25 rente, à partir de ce mélange.

La matière première pour la fabrication est constituée d'éléments d'origine végétale, contenant un matériau ligno-cellulosique comprenant des polysaccharides, de la lignine, des tannins, des huiles essentielles, etc., par exemple des éléments
30 de bois, des copeaux, de la sciure, des déchets, des épis de maïs et des chaumes secs sous forme broyée et des fibres diverses. Le matériau résultant est solide et est moulé sous pression, en particulier sous forme de panneaux, de blocs, etc. dont la résistance, les autres caractéristiques mécaniques et
35 les autres paramètres dépendent dans une large mesure de la matière première et du procédé de fabrication. Le matériau ainsi

1 obtenu peut être utilisé sous forme de panneaux, de blocs ou
d'autres pièces moulées pour les éléments de construction des bâ-
timents ou ameublements, pour les travaux d'isolation etc.

5 Un effet hydrolytique des acides est mis à profit dans
le procédé de fabrication pour dégager du furylaldéhyde et ses
dérivés et pour activer les matériaux ligno-cellulosiques. Les
composés réactifs monomères qui sont dégagés de cette manière
sont transformés d'une manière inverse, en milieu acide et sous
l'effet d'une température et d'une pression élevées, en un maté-
10 riau polymérisé réticulé ayant une structure semblable à la
masse végétale initiale. La quantité de monomère dégagée est
contrôlée par le degré d'activation et détermine, avec
la pression de moulage, les caractéristiques du produit. Toute-
fois, ce fait n'exclut pas des modifications possibles des ca-
15 ractéristiques du produit par l'addition d'additifs appropriés
comprenant des liants du type furanne.

Un autre procédé possible consiste à ajouter un acide miné-
ral fort ou un composé dégageant un tel acide, un acide de Lewis
ou leurs mélanges à au moins une fraction des particules des ma-
20 tières premières. L'acide sulfurique concentré, l'acide
chlorhydrique gazeux, le chlorure de zinc, le bisulfate d'ammo-
nium, les sulfates aminés ou les mélanges de ces composés peuvent
être ajoutés comme agents d'activation aux dits éléments. L'aci-
de de Lewis doit être compris comme étant un composé capable
25 d'accepter une paire d'électrons. L'excès d'agent d'activation
dans le mélange avec les particules est neutralisé, avant le
moulage sous pression, par l'addition d'agents alcalins, et
en particulier d'urée, d'urée avec sulfate d'ammonium, de savons
alcalins ou de bases de Lewis ou de mélanges de ceux-ci. Une
30 base de Lewis doit se comprendre comme étant un composé capable
de donner une paire d'électrons. L'agent d'activation est appli-
qué aux particules sous forme de gaz, d'aérosol ou de solution
qui peut être diluée par des solvants inertes. Les particules
de matières premières conservent la même teneur en humidité
35 qu'elles avaient avant la mise en oeuvre ou, si cela est souhai-
table, elles peuvent être pourvues d'un enduit hydrophobe sur
leur surface.

1 Avant le moulage sous pression, une chaleur suffisante
est apportée aux particules pour augmenter leur température
jusqu'à 80-200°C et, à ce moment, les particules contenant le
monomère activé sur au moins une fraction de leur surface sont
5 comprimées dans un moule permettant une pression de fermeture
de 0,2 à 10 MPa. Les caractéristiques du matériau résultant
dépendent de la pression de moulage et, également, de la quantité
et de la nature de l'agent d'activation.

10 Un autre procédé possible consiste à déposer les particu-
les ayant au moins une fraction de leur surface déjà activée,
sous forme de couches, de façon à ce que au moins deux couches
contiennent des particules mélangées avec des quantités différen-
tes ou des types différents d'agents d'activation ou d'agents
de neutralisation.

15 Le procédé conforme à la présente invention permet égale-
ment de réaliser un assemblage par collage des éléments ligneux
ou ligno-cellulosiques sans utiliser un adhésif spécial, parce
que la structure de liaison nécessaire est créée directement
sur les surfaces de contact ou les éléments à joindre à partir
20 de ces éléments. Les matériaux ligneux et ligno-cellulosiques
contiennent des polysaccharides, de la lignine, des tanins,
des huiles essentielles et d'autres substances analogues. En
provoquant une hydrolyse superficielle par des agents acides
ou des enzymes sur la surface du bois ou des matériaux analogues,
25 les composés adhésifs présents dans le bois sont dégagés et
permettent d'obtenir un joint monolithique grâce à l'obtention,
après mise sous pression, de molécules de polymère néoformé
traversant le joint et situées partiellement dans le joint et
partiellement ancrées dans les pièces originales sous forme d'un
30 réseau structurel commun aux deux éléments assemblés.

Les adhésifs coûteux ou nocifs ne sont plus nécessaires
pour l'obtention d'un assemblage par collage, vu que les joints
ne contiennent exclusivement que des composés ayant virtuelle-
ment la même composition que la matière de départ. L'avantage
35 principal est la grande facilité, le prix peu élevé et l'accélé-
ration du procédé de fabrication.

J

1 Le procédé conforme à la présente invention peut permettre
la fabrication de contreplaqués, de collages ou de placages sur
des bases ligno-cellulosiques diverses et l'obtention d'objets
divers à partir de bois stratifié. Les caractéristiques d'un
5 objet stratifié sont particulièrement avantageuses lorsque le
noyau central est constitué à partir de particules de bois mou-
lées sous pression et liées ensemble par un matériau polymérisé
régénéré et quand le noyau central est recouvert des deux côtés
par un placage de bois ou un contreplaqué, collé également par
10 le matériau actif régénéré.

Le moulage sous pression des particules avec des composés
de liaison à base de liant furanique et de composés de liaison
activés de la phytomasse s'effectue en portant les particules
à une température de 120°C à 200°C dans un moule dont la pres-
15 sion de fermeture est de 1 à 10 MPa. Les caractéristiques des
produits finaux dépendent de la pression de moulage et de la
quantité de liant sur les surfaces de contact des particules
de l'objet moulé et peuvent être les mêmes dans toute l'épais-
seur du produit ou peuvent également varier d'une couche à l'au-
20 tre au sein du produit. Les produits résultants obtenus avec
le matériau composite reçoivent principalement la forme de pan-
neaux, de blocs et d'autres objets moulés et peuvent être
utilisés comme éléments de construction et d'isolation divers
ou encore pour d'autres usages.

25 Le procédé suivant la présente invention permet de fabri-
quer des produits utiles, également à partir de matériaux qui
sont virtuellement des déchets de la production d'aldéhyde
furylique au départ d'éléments végétaux. Après hydrolyse des
particules de bois et séparation de l'aldéhyde furylique, les
30 résidus avec les composés résiduels de liaison peuvent être
moulés sous pression de façon à obtenir un produit utile. Pour
obtenir des caractéristiques plus avantageuses, on peut ajouter
encore un liant furanique ou des particules activées d'origine
végétale aux déchets servant de matière première. De cette ma-
35 nière, il est possible de produire de l'aldéhyde furylique à
partir de toute la masse de chaque particule, une faible partie
de celui-ci retournant dans le matériau composite sous forme

1 d'un constituant à base de liant furanique appliqué sur la
surface des particules restantes. Les jonctions mutuelles du
liant avec la matière initiale des particules non traitées sont
5 avantageusement obtenues en réalisant des connexions entre les
extrémités actives de la structure initiale et les chaînes de
polymère nouvellement formé à partir du liant. Le liant fu-
ranique doit être compris comme étant un liant particulièrement
à base d'alcool furylique ou de furylacétone, qui contient de
l'aldéhyde furylique au moins en faible quantité.

10 L'effet de liaison du liant engendré par un matériau ligno-
cellulosique peut être augmenté par l'addition de certains déri-
vés phénoliques produisant partiellement une résine résol d'al-
déhyde furylique pouvant faire prise par chauffage en donnant
une résine de phase B.

15 Le moulage sous pression des produits à base de particules
s'effectue de manière à ce que les particules soient comprimées
par la pression de moulage de 0,2 à 10 MPa, à une température
de 80°C à 200°C, la pression de moulage étant appliquée pendant
5 à 300 secondes.

20 Le procédé conforme à la présente invention peut être avan-
tageusement adaptée en appliquant un catalyseur qui facilite
l'hydrolyse du matériau de départ, sur les surfaces de contact.
Ces catalyseurs sont, par exemple, le permanganate de potassium,
l'aluminium, le zinc, les hydrures métalliques.

25 La composition et la fabrication du matériau composite
conforme à la présente invention sont illustrées au moyen des exem-
ples suivants, qui ne limitent toutefois en aucune manière l'ob-
jet de la présente invention.

Exemple 1.

30 Pour préparer un produit à partir du matériau composite
suivant la présente invention, 100 parties en poids de copeaux
de bois de sapin sont introduites dans un mélangeur à tambour
et on soumet les copeaux à un brouillard d'acide sulfurique
concentré en suspension dans l'air au moyen d'un dispositif
35 d'injection. La quantité totale d'acide sulfurique utilisée
était de 3 parties en poids. Ensuite, 6 parties en poids d'urée
en poudre ont été ajoutées et mélangées aux copeaux et à l'a-
cide sulfurique pour obtenir un mélange de moulage. Un polymère.

1 initial sur la surface des copeaux a été activé ou transformé
en monomère par l'action de l'acide sulfurique, et l'excès d'a-
cide sulfurique a été neutralisé au cours de l'étape suivante
par l'addition d'urée en poudre. Le mélange de moulage a été
5 moulé ensuite sous pression à une température de 180°C avec
une pression de fermeture de 8,0 MPa appliquée pendant 5 minutes.
Le produit démoulé retiré de la presse après 5 minutes possédait
une résistance à la flexion de 12,0 MPa et un poids volumique
de 950 kg par m³.

10 Exemple 2.

Des résidus broyés de chaumes de maïs sec ont été intro-
duits dans un mélangeur à tambour, à raison de 100 parties en
poids, et on a ajouté 5 parties en poids d'acide sulfurique
à 96%, par pulvérisation effectuée de la manière la plus homo-
15 gène possible sur la surface des chaumes. Ensuite, on a mélangé
6 parties en poids d'urée en poudre et le mélange ainsi prépa-
ré a été moulé sous pression à une température de 160°C et avec
une pression de fermeture de 8,0 MPa. Les caractéristiques fina-
les ont été obtenues, après le maintien de la pression pendant
20 4 minutes, permettant la réticulation du monomère activé sur
la surface des particules et donnant pratiquement le même type
de polymère que le polymère de la matière de départ ; la résis-
tance à la flexion était d'au moins 1,2 MPa et le poids volu-
mique de 700 kg. par m³.

25 Exemple 3.

Un mélange de copeaux de bois et de sciure dans le rapport
3:1 a été introduit dans un mélangeur à tambour en quantité
totale de 100 parties en poids. On a appliqué uniformément de
l'acide sulfurique sur la surface des particules sous forme
30 d'un aérosol, à raison de 4 parties en poids. Ensuite, on a
ajouté 6 parties en poids d'urée en poudre et le mélange a été
parfaitement mélangé. Le mélange de moulage a été moulé sous
pression dans une presse assurant une pression finale d'environ
2,0 MPa, à une température de 170°C et pendant 6 minutes. Le
35 produit présentait une résistance à la flexion d'au moins 10
MPa et son poids volumique dépassait 800 kg. par m³.

1 Exemple 4.

Des copeaux de bois de bouleau (100 parties en poids) ont été mélangés dans un mélangeur à 8 parties en poids d'urée en poudre. Ensuite, 6 parties en poids d'acide phosphorique à 80%
5 ont été pulvérisées au moyen d'un dispositif d'injection. Le mélange ainsi préparé a été moulé sous pression à une température de 170°C et une pression de 8 MPa pendant 6,5 minutes. Le produit résultant avait une densité de 0,65 g /cm³ et une résistance à la flexion d'au moins 1,5 MPa.

10 Exemple 5.

Des copeaux de bois de conifères (100 parties en poids) ont été mélangés à 6,25 parties en poids d'urée en poudre et 6,25 parties d'acide nitrique à 65% ont été répandues ensuite sur le mélange. Le matériau obtenu après moulage sous pression
15 du mélange sous une pression de 8 MPa et à une température de 170°C pendant 7 minutes avait une densité de 0,65 g /cm³ et une résistance à la traction et à la flexion d'au moins 1,5 MPa.

Exemple 6.

20 Des copeaux de bois de sapin (100 parties en poids) ont été mélangés dans un mélangeur avec 4 parties en poids d'urée en poudre et 3 parties en poids de permanganate de potassium servant de catalyseur pour accélérer l'activation des composés de liaison. Ensuite, on a ajouté au mélange 4 parties en
25 poids d'acide sulfurique à 96%, sous forme d'un fin brouillard en suspension dans l'air. Le mélange a été moulé sous pression à une température de 150°C et une pression de 10 MPa pendant 2 minutes. Le produit avait une densité de 0,95 g /cm³ et une résistance à la flexion de 15 MPa.

30 Exemple 7.

Le même mélange qu'à l'exemple 1 a été moulé sous pression à la même pression et à une température de 80°C pendant 10 minutes. Les propriétés du produit étaient les mêmes.

Exemple 8.

35 La surface des placages qui constituent les couches d'un contreplaqué ont été enduites à la brosse ou au pistolet avec

1 un acide concentré ou dilué, et, en particulier, de l'acide sulfu-
rique, pour provoquer une hydrolyse superficielle du bois sur
la surface de contact des placages, de façon à obtenir un mono-
mère actif par la dégradation hydrolytique du polymère initial.
5 Pour neutraliser l'excès d'acide sulfurique, pour autant qu'il
y en ait, on a saupoudré de l'urée en poudre sur la surface
de contact des placages. Les placages ont été ensuite superpo-
sés, introduits dans une presse et soumis à une pression de
2,0 MPa à une température de 160°C pendant 15 secondes. Le mo-
10 nomère actif a été transformé par la pression et la chaleur
en un polymère régénéré, dont les macromolécules sont réticulées
entre elles d'une part et ancrées dans la matière initiale
des placages d'autre part. Un assemblage résistant des surfaces
de contact est réalisé de cette façon, et le produit peut être
15 parachevé après enlèvement de la presse.

Exemple 9.

Pour obtenir une liaison par collage de 2 éléments ligneux
et/ou ligno-cellulosiques ayant une épaisseur de 5 à 10 mm.,
par exemple de joints à rainures et languettes, assemblage à
20 mi-bois, assemblage d'angle ou à queue d'aronde, un acide concen-
tré, et en particulier de l'acide sulfurique, a été appliqué
sur la surface de contact des pièces à assembler, à la brosse
ou au pistolet, de façon à engendrer un monomère activé sur
les surfaces de contact des pièces à assembler, ce monomère
25 provenant de l'hydrolyse acide de leurs matériaux. Les surfaces
de contact ont été ensuite rapprochées, les pièces assemblées
ont été introduites dans une presse où les surfaces de contact
ont été soumises à une pression de 6,0 MPa à une température
de 180°C pendant 180 secondes. Le joint a subi une finition
30 après l'enlèvement de la presse.

Exemple 10.

Pour la fabrication de panneaux de copeaux revêtus, des
copeaux de bois de sapin ont été tout d'abord préparés puis
introduits dans un mélangeur à tambour, à raison de 100 parties
35 en poids, où ils ont été enduits avec 5 parties en poids d'acide
sulfurique à 96%, en utilisant un dispositif d'injection.
Pour neutraliser l'excès d'acide sulfurique n'ayant pas réagi,
on a réparti 7 parties en poids d'urée en poudre sur le mélange.
Le mélange ainsi préparé a été transféré dans un moule avec

1 l'une des couches de revêtement, par exemple un placage de
bois ou un contreplaqué ou un panneau de fibres, placée à la
base. La surface de cette couche avait subi également au préa-
lable un traitement à l'acide sulfurique pour provoquer une
5 hydrolyse superficielle. Une couche de revêtement supérieur,
par exemple également un placage de bois, un contreplaqué ou
un panneau de fibres dont la surface de contact avait subi égale-
ment un traitement à l'acide sulfurique, a été placée ensuite
sur la surface de la couche de copeaux de bois activé. Le moule
10 a été alors fermé et son contenu a été moulé sous une pression
de fermeture de 8,0 MPa à une température de 180°C qui a
été maintenue pendant 5 minutes. Le panneau stratifié, avec
un noyau en panneau de copeaux, a donc été fabriqué en une seule
opération et présentait un poids volumique de 950 kg/m³ et une
15 résistance à la flexion supérieure à 12,0 MPa.

Exemple 11.

Des copeaux de bois (300 g.) ont été mélangés dans un
mélangeur à tambour avec 10 g de pentoxyde de phosphore. Ce
mélange a été moulé sous pression sous une pression de 1 MPa
20 et à une température de 180°C pendant 2 minutes. Le matériau
obtenu sous forme de panneau avait une résistance à la flexion
de 11,0 MPa.

Exemple 12.

Des copeaux de bois (300 g) ont été mélangés dans un mélan-
25 geur à tambour avec 30 g. de bisulfate d'ammonium. Le mélange
a été moulé sous pression à une température de 180°C pendant
7 minutes. Le matériau obtenu sous forme de panneau présentait
une résistance à la flexion de 18,0 MPa.

Exemple 13.

30 On a appliqué un brouillard d'une solution aqueuse à 80%
de sulfate d'urée, à raison de 38 g sur la surface de 300 g
de copeaux de bois contenus dans un mélangeur à tambour. Le
mélange a été moulé sous pression à une température de 180°C
pendant 3 minutes et a donné un produit sous forme de panneau
35 possédant une résistance à la flexion de 18,6 MPa.

Exemple 14.

Des copeaux de bois (250 g.) avec application d'un cataly-

1 seur acide, ont été mélangés dans un mélangeur à tambour avec le mélange comprenant

- 150 g. de copeaux de bois
- 34 g. de sulfate d'urée
- 5 20 g. d'alcool furylique
- 10 g. d'aldéhyde furylique

Le mélange a été moulé sous une pression de 0,80 MPa à une température de 80°C pendant 8 heures. Le matériau ainsi obtenu sous forme de cube présentait une résistance à la compression

10 de 44,5 MPa.

Exemple 15.

De la sciure (300 g) et 14 g. de bisulfate d'ammonium ont été mélangés dans un mélangeur à tambour, puis on a ajouté 20 g. d'alcool furylique et 10 g. d'aldéhyde furylique au mélange.

15 Le mélange a été moulé sous une pression de 0,8 MPa à une température de 80°C pendant 8 heures. La pièce moulée sous forme de cube présentait une résistance à la compression de 23,8 MPa.

Exemple 16.

20 Au même mélange qu'à l'exemple 1, on a ajouté 5 parties en poids d'une émulsion de chlorure de polyvinyle, puis le mélange a été moulé sous pression à une température de 180°C et sous une pression de 2 MPa pendant 5 minutes. Le matériau obtenu présentait une résistance à la flexion de 21,96 MPa et il

25 résistait à l'eau sans présenter de modification de volume.

Exemple 17.

Au mélange mentionné à l'exemple 1, neutralisé par un mélange d'urée et de sulfate d'ammonium, on a ajouté un mélange en poudre de chlorure de polyvinyle et de polyéthylène chloré

30 dans le rapport en poids 1:1. Le mélange obtenu a été moulé sous pression à une température de 180°C avec une pression de 6 MPa appliquée pendant 5 minutes. Le matériau obtenu présentait une résistance à la flexion de 19,6 MPa et était résistant à l'eau sans modification de son volume.

35 Exemple 18.

Au mélange mentionné à l'exemple 3, on a ajouté du poly-

- 1 propylène en poudre et ce mélange a été moulé sous pression
à une température de 180°C et à une pression de 1,9 MPa appliquée
pendant 5 minutes. Le matériau composite obtenu présentait
une résistance à la flexion de 22,3 MPa et une bonne résistance
5 à l'eau.

1

Revendications

1. Matériau composite obtenu à partir d'éléments d'origine végétale à base de matériaux ligno-cellulosiques, dont les éléments individuels sont liés ensemble, caractérisé en ce que lesdits éléments sont liés ensemble par un composé polymère dérivé du polymère initial du matériau de départ par transformation par activation du polymère initial en composés actifs capables de réagir, et en particulier en monomères, qui sont transformés en le composé polymère final par une réticulation ultérieure.
2. Matériau composite, selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit matériau composite est constitué d'un mélange d'éléments modifiés par activation, contenant un monomère engendré ou un autre composé actif et transformés en le polymère final par réticulation, et d'éléments qui ne sont pas modifiés par activation.
3. Matériau composite, selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit matériau composite est constitué d'au moins deux couches ayant des caractéristiques différentes et constituées d'éléments différents de la matière première.
4. Matériau composite, selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit matériau composite est constitué d'un mélange lié d'éléments non modifiés d'origine végétale et d'éléments végétaux modifiés par activation, qui sont liés ensemble par un mélange d'un composé polymère dérivé par activation du polymère initial de la matière première d'origine végétale en composés actifs capables de réagir, et d'un liant furanique ajouté.
5. Matériau composite, selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que ledit matériau composite est lié par un composé polymère provenant du polymère initial, et que les composés actifs capables de réagir, qui sont formés à partir de celui-ci, sont enrichis par au moins un des dérivés du phénol.

1 6. Matériau composite, selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que ledit matériau composite est lié par un composé polymère dérivé du polymère initial, et
5 à partir de celui-ci, sont enrichis avec de l'urée.

7. Matériau composite, selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que ledit matériau composite est lié par un composé polymère dérivé du polymère initial, et
10 que les composés actifs capables de réagir, qui sont formés à partir de celui-ci, sont enrichis par au moins une matière thermoplastique.

8. Procédé de fabrication du matériau composite selon la revendication 1 où les éléments d'origine végétale à base de matériaux ligno-cellulosiques sont liés par un liant sous forme d'un objet solide, caractérisé en ce que la surface d'au moins une partie des particules est exposée à l'effet de décomposition dû à un agent d'activation, cet effet pouvant être augmenté par un catalyseur ou contrarié par un agent neutralisant, puis
20 qu'au moins un composé, choisi dans le groupe comprenant l'alcool furylique, la furylacétone, l'aldéhyde furylique, les phénols et leurs précondensats et les matières thermoplastiques est ajouté, si cela est souhaitable, et que les éléments sont
25 comprimés sous pression et soumis à une réaction de prise.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que les éléments sont exposés à l'action de décomposition d'un agent d'activation, un agent neutralisant est ajouté pour supprimer
30 l'acidité résiduelle et les éléments sont comprimés ensemble sous l'action de la chaleur et soumis à une réaction de prise.

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que les éléments sont mélangés tout d'abord avec un mélange d'un agent neutralisant et d'un catalyseur, puis que les éléments ainsi modifiés sont exposés à un agent d'activation et finalement comprimés et soumis à une réaction de prise.

1 11. Procédé selon la revendication 8 ou 9, caractérisé en ce
qu'un agent d'activation est ajouté à une fraction des éléments
de la matière première d'origine végétale, puis que la fraction
des éléments modifiés de cette manière est mélangée à l'autre
5 fraction des éléments qui n'a pas subi de modification par ac-
tivation et que les éléments sont transformés par pression avec
contact mutuel et subissent une prise sous l'action de la chaleur.

10 12. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce qu'un
agent d'activation est appliqué sur la surface de contact d'au
moins un élément pour provoquer une hydrolyse superficielle
de la matière initiale des pièces assemblées et pour dégager
des composés adhésifs contenus dans la matière de départ, et
que les particules liées entre elles sont comprimées à chaud ,
15 et soumises à une réaction de prise.

20 13. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce qu'un
agent d'activation est appliqué d'abord sur la surface des par-
ticules de ligno-cellulose et en particulier de copeaux, qu'une
couche est constituée à partir des particules, qu'une couche
continue de matière ligno-cellulosique est appliquée sur celle-
ci d'au moins un côté avec la surface de contact préalablement
modifiée par un agent d'activation et que les couches sont as-
semblées par compression à température élevée, et soumises
25 à une réaction de prise.

30 14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 13,
caractérisé en ce que les éléments d'origine végétale sont ex-
posés à l'action d'un agent d'activation dont l'excès peut être
éliminé par un agent neutralisant, que des composés formant
un liant furanique sont ajoutés et que les éléments sont compri-
més ensuite sous l'action de la chaleur, et soumis à une
réaction de prise.

35 15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 14,
caractérisé en ce que les éléments d'origine végétale sont ex-
posés à l'action d'un agent d'activation, qu'au moins un dérivé

- 1 du phénol est ajouté et que les éléments sont ensuite comprimés ensemble sous l'action de la chaleur, et soumis à une réaction de prise.
- 5 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 12, ou 14, ou 15, caractérisé en ce que les éléments d'origine végétale à base de matière ligno-cellulosique sont des particules, par exemple des copeaux, des fibres de matériaux ligneux, de la balle de lin, des épis de maïs broyés et de la paille hachée.
- 10 17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 12, ou 14, ou 15, caractérisé en ce que les éléments d'origine végétale à base de matières ligno-cellulosiques sont des éléments tels que par exemple, des placages et des contreplaqués à base
- 15 de matériaux ligneux.
18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 15, caractérisé en ce qu'un agent d'activation est au moins un composé choisi dans le groupe comprenant les acides minéraux
- 20 forts, les composés libérant de tels acides et les acides de Lewis.
19. Procédé selon la revendication 18, caractérisé en ce qu'un agent d'activation est l'acide sulfurique.
- 25 20. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 11, ou 14, ou 15, caractérisé en ce qu'un agent de neutralisation est au moins un composé choisi dans le groupe comprenant les bases de Lewis et les savons métalliques.
- 30 21. Procédé selon la revendication 20, caractérisé en ce qu'un agent de neutralisation est l'urée.
22. Procédé selon la revendication 8 ou 10, caractérisé en
- 35 ce qu'un catalyseur est le permanganate de potassium.

23. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 15, caractérisé en ce que les éléments sont comprimés ensemble sous une pression de 0,2 à 10 MPa.

24. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 15, caractérisé en ce que les éléments sont comprimés ensemble à une température comprise entre 80°C et 200°C.

25. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la matière thermoplastique est le chlorure de polyvinyle.

Bruxelles, le 21 novembre 1983
P.Pon. Československá akademie věd

