



CONFÉDÉRATION SUISSE  
OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

Int. Cl.<sup>3</sup>: B 27 K 3/08

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein  
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein



FASCICULE DU BREVET A5

11

624 339

<p>21 Numéro de la demande: 5917/78</p> <p>22 Date de dépôt: 30.05.1978</p> <p>30 Priorité(s): 31.05.1977 US 801953 27.09.1977 US 836943 27.09.1977 US 836985 27.09.1977 US 836986</p> <p>24 Brevet délivré le: 31.07.1981</p> <p>45 Fascicule du brevet publié le: 31.07.1981</p>	<p>73 Titulaire(s): Forest Products Utilization Laboratory, State College/MS (US)</p> <p>72 Inventeur(s): William Cheatom Kelso, jun., Starkville/MS (US)</p> <p>74 Mandataire: Kirker &amp; Cie, Genève</p>
--	--

54 Procédé pour le traitement du bois.

57 Dans ce procédé, des substances traitantes sont transportées dans l'eau, par exemple, des sels CCA ou un chlorophénate de sodium, et sont introduites de force dans le bois par des méthodes d'imprégnation sous pression. La solution traitante est maintenue à l'intérieur du bois jusqu'à ce que les substances traitantes soient fixées au bois par précipitation ou dépôt chimique. Un rejet important de liquide traitant épuisé est obtenu à la fin du procédé par réduction de la pression à l'intérieur du récipient de traitement sous pression à une valeur égale et, de préférence, inférieure à la pression qui régnait dans le bois immédiatement avant l'imprégnation.

La vitesse et l'efficacité du procédé sont matériellement augmentées à température élevée et il est souvent avantageux de chauffer le bois par exemple en chauffant le liquide traitant ou bien en évacuant le liquide traitant du récipient et en utilisant de la vapeur ou un second liquide traitant pour chauffer le bois. Dans tous les cas, on doit veiller à maintenir une pression suffisante à l'intérieur du récipient de traitement pour empêcher un rejet prématuré du liquide traitant avant que les substances aient été déposées dans le bois.

## REVENDECATIONS

1. Procédé pour le traitement du bois, caractérisé en ce qu'on :  
— place le bois dans un récipient de traitement sous pression à une pression initiale;

— introduit un liquide traitant aqueux dans le récipient;  
— augmente la pression à l'intérieur du récipient jusqu'à une pression supérieure à la pression initiale pour imprégner le bois du liquide traitant;

— maintient dans le récipient une pression suffisante pour retenir le liquide traitant dans le bois jusqu'à ce que les substances traitantes transportées dans le liquide traitant soient combinées avec, ou déposées dans le bois;

— réduit la pression à l'intérieur du récipient jusqu'à la pression initiale ou au-dessous pour permettre l'expulsion du liquide traitant épuisé du bois, et

— recueille le liquide traitant épuisé.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le fluide traitant aqueux contient un agent de conservation du bois.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'agent de conservation du bois contient des sels de cuivre, de chrome ou d'arsenic.

4. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'agent de conservation du bois est un chlorophénate de sodium.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le fluide traitant aqueux est une solution alcaline de pentachlorophénate de sodium.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le bois est chauffé pendant que le fluide traitant est retenu à l'intérieur du bois.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le bois est chauffé entre 65°C et 120°C.

8. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le bois est chauffé par chauffage du fluide traitant.

9. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le bois est chauffé à la vapeur.

10. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le bois est chauffé avec un second liquide traitant.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que le second liquide traitant contient des agents de traitement du bois choisis dans le groupe comprenant les agents colorants, les agents attendrisseurs de bois, les agents empêchant le bois de travailler, les générateurs de film, les retardateurs d'inflammation, les agents antistatiques, les mélanges polymérisables et autres agents de conservation du bois.

12. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le bois est prétraité avec un acide.

13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que l'acide est l'acide acétique.

14. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le bois est prétraité thermiquement avec de l'eau sous pression ou de la vapeur d'eau sous pression.

15. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le bois est prétraité avec des ions métalliques pour précipiter les sucres à l'intérieur du bois.

16. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le bois est imprégné d'une solution de pentachlorophénol avec un hydrocarbure à bas point d'ébullition ou un solvant chloré comme solvant du pentachlorophénol avant que le liquide traitant aqueux soit introduit dans le récipient, et en ce que le fluide traitant contient des sels de chrome, cuivre ou arsenic.

17. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le bois traité est ultérieurement imprégné de créosote.

l'eau, pour améliorer les propriétés du bois. Plus particulièrement, cette invention se rapporte à un procédé d'imprégnation du bois dans lequel des substances de traitement du bois transportées dans l'eau sont déposées à l'intérieur du bois, comme par précipitation ou par fixation chimique, d'une façon qui réunit l'efficacité et autres avantages du procédé à cellules pleines avec la faible teneur en liquides résiduels du bois qui peut être obtenue avec les procédés à cellules vides.

La présente invention envisage l'utilisation de ce qui peut être considéré fondamentalement comme étant un procédé «à cellules vides» par distinction d'un procédé «à cellules pleines». La différence essentielle entre ces deux procédés réside dans le fait que, dans le procédé à cellules pleines, le liquide qu'on a fait pénétrer de force dans le bois y est retenu après l'imprégnation. Par opposition à cela, dans le procédé à cellules vides, la plus grande partie du fluide traitant est expulsée du bois après l'imprégnation. Les termes «pleines» et «vides» proviennent du fait que les cellules du bois sont pratiquement remplies d'agents d'imprégnation dans le procédé à cellules pleines, mais ne font que tendre à être enduites d'agent d'imprégnation dans le procédé à cellules vides.

Le procédé à cellules pleines utilise un cycle d'imprégnation vide/pression dans lequel le bois est d'abord mis sous vide et ensuite, sans laisser entrer d'air, le récipient de traitement est rempli de liquide traitant. Lorsque le bois est complètement immergé dans le liquide, on fait monter la pression jusqu'à, peut-être, dix atmosphères ou une valeur voisine, et le liquide pénètre par force dans le bois. Après que le bois a été traité à saturation, ou jusqu'à ce qu'une absorption brute prédéterminée de liquide traitant se soit produite, la pression est supprimée et le fluide traitant est évacué du récipient. Habituellement une courte période de vide suit pour retirer l'excès de fluide de la surface du bois.

La particularité du procédé à cellules vides est qu'à la fin du processus, la pression est réduite à une valeur égale ou de préférence inférieure à celle qui régnait dans le bois avant l'imprégnation, de manière à produire une expulsion du liquide traitant. La manière la plus commune de réaliser cela est de mettre le bois sous pression avant de le mettre en contact avec le liquide traitant. Cette pression initiale est maintenue pendant la durée du remplissage du récipient de traitement avec le liquide traitant, et ensuite on augmente la pression jusqu'à une seconde valeur supérieure, forçant le liquide à pénétrer dans le bois malgré la pression initialement établie à l'intérieur. Cela fait que, lorsque la pression est supprimée, l'air comprimé dans le bois se détend et expulse la plus grande partie du liquide qu'on avait fait pénétrer par force dans le bois. Un résultat équivalent peut être obtenu en commençant l'imprégnation lorsque le bois est à une pression égale ou légèrement inférieure à la pression atmosphérique et en appliquant ensuite un certain vide à la fin du cycle de traitement. De toute manière, il est fréquent d'établir un certain vide dans le récipient de traitement après que la pression d'imprégnation a été supprimée, pour augmenter la récupération du liquide traitant et raccourcir la période pendant laquelle le liquide s'égoutte de la surface du bois. Le liquide expulsé du bois par la différence entre les pressions interne et externe est appelé «rejet».

Le procédé à cellules vides est particulièrement avantageux par comparaison avec le procédé à cellules pleines pour le traitement du bois avec des substances transportées dans l'eau, car après traitement le bois est prêt à être transporté économiquement par mer, à subir un autre traitement, ou à être employé immédiatement, puisqu'il n'est pas nécessaire de sécher le bois pour ôter le liquide traitant, qui peut être toxique, de l'intérieur du bois.

Malgré l'avantage inhérent de terminer avec du bois «sec», le procédé à cellules vides n'est pas, à certaines fins, d'une utilité pratique pour l'imprégnation du bois pour un certain nombre de raisons différentes. Par exemple, lorsqu'on traite le bois avec des agents de conservation solubles dans l'eau (par exemple des sels de chrome/cuivre/arsenic connus sous le nom de «sels CCA»), le rejet inhérent aux procédés à cellules vides ne peut pas être réuni-

Cette invention se rapporte à l'imprégnation sous pression du bois avec des substances de traitement du bois transportées dans

lisé économiquement car ce rejet contient des substances réductrices solubles dans l'eau extraites du bois (par exemple des hémicelluloses) qui, croit-on généralement, réagissent avec les sels CCA avec précipitation d'une boue dense qui encrasse l'équipement. Cela rend impossible le fait de recycler le rejet sans en éliminer périodiquement les parties insolubles, et en outre, le rejet ne peut pas être éliminé comme déchet à cause de sa toxicité et du danger qu'il suscite pour l'environnement. Pour ces raisons et pour d'autres, telles que le taux préférentiel avec lequel les sels CCA sont extraits de la solution, il est devenu pratique courante d'éviter les problèmes attachés au recyclage, ou bien à l'élimination des solutions CCA épuisées, en utilisant des techniques à cellules pleines et en laissant simplement le liquide traitant dans le bois jusqu'à ce qu'il s'évapore, ce qui, à l'air, peut demander plusieurs mois de séchage.

Outre les sels CCA, un autre agent de conservation du bois efficace et couramment utilisé qu'il est difficile d'employer dans des procédés à cellules vides est le phénol chloré, le plus souvent les tétra et penta chlorophénols (collectivement désignés par «PCP»). Le PCP n'est pas soluble dans les solutions neutres ou acides et, pour fabriquer une solution d'imprégnation, il est conventionnel de dissoudre le PCP dans des produits pétroliers à haut point d'ébullition, des solvants de Stoddard, du kérosène et produits semblables. Des procédés d'imprégnation à cellules vides sont quelquefois utilisés pour enduire les parois des cellules de solution de conservation car les hydrocarbures servant de solvants doivent être récupérés pour rendre le procédé économique et pour empêcher le suintement de la solution à base de pétrole qui rendrait impossible l'application des produits de finissage sur le bois. Cependant, bien que la plupart de la solution traitante soit ôtée du bois dans les procédés à cellules vides, la quantité de solvant consommée représente la majeure partie du prix de revient des matières lors de l'imprégnation du bois avec le PCP.

Pour réduire le coût des solvants pétroliers, d'autres procédés ont remplacé les procédés à cellules vides, dans lesquels le solvant est un liquide à bas point d'ébullition qui peut être récupéré et réutilisé. D'une manière typique, dans ces procédés, les hydrocarbures aliphatiques à bas point d'ébullition servant de solvant du PCP sont vaporisés après l'imprégnation, laissant un résidu de PCP insoluble dans l'eau dans le bois. Ces procédés ne sont pas sans inconvénient comme le prix de revient plus élevé de l'appareillage de traitement, la nécessité de récupérer les solvants vaporisés, dans le double but de faire des économies et de protéger l'environnement, et, comme on l'a suggéré dans la littérature, la protection moins durable apportée au bois lorsqu'on utilise des solvants volatils.

Un autre inconvénient de l'emploi d'hydrocarbures à bas point d'ébullition comme solvants est que la protection apportée au bois à sa surface extérieure est parfois moins que satisfaisante. On a suggéré que la raison de cela résidait dans le fait que pendant la vaporisation, une partie du PCP se trouvant aux abords de la surface du bois était emportée et que la quantité de PCP restant dans cette région était insuffisante pour protéger le bois.

En conséquence, un but de cette invention est de fournir un procédé à cellules vides qui puisse être économiquement employé pour la protection du bois à l'aide de produits de conservation du bois courants comme les sels CCA et le PCP.

Le procédé selon l'invention est défini dans la revendication 1.

Dans le cas de traitements avec des sels CCA, le procédé faisant l'objet de cette invention est d'une utilité particulière puisque le rejet ne contient presque plus d'ions métalliques et que les problèmes de récupération ou d'élimination sont largement évités. De plus, le bois traité, tel qu'il est déchargé du récipient de traitement, est pratiquement «sec», ce qui permet immédiatement son emploi, son transport, ou même un traitement ultérieur, tel que l'imprégnation de créosote pour satisfaire aux exigences des applications maritimes.

La reconnaissance du fait qu'on peut faire réagir les substances traitantes *in situ* pendant l'imprégnation sous pression rend possible de protéger le bois, dans le cas du PCP, sans employer d'hydrocarbures comme solvant. Ainsi, dans une forme particulière de l'invention, on dissout le penta (ou tétra) chlorophénate de sodium dans une solution alcaline, le bois est imprégné de cette solution, et on maintient la solution à l'intérieur du bois sans permettre au rejet de se produire, jusqu'à ce que l'acidité naturelle du bois provoque la précipitation du PCP insoluble dans l'eau dans le bois. Si l'acidité du bois n'est pas suffisante pour précipiter le PCP dans une proportion adéquate, le bois peut d'abord être traité selon un procédé à cellules vides, par un acide, tel que l'acide acétique, avant l'imprégnation avec la solution de pentachlorophénate de sodium. On pense que, en acidifiant le pentachlorophénate pour former le précipité insoluble de PCP *in situ* dans le bois, la rétention du PCP et la protection du bois sont rendues plus durables que dans le cas où on utilise des solvants pétroliers volatils ou non.

Comme on pourrait le supposer, la réaction entre les substances traitantes et le bois est grandement accélérée lorsque le bois est chauffé pendant que la solution d'imprégnation est retenue à l'intérieur. Les durées et les températures appropriées peuvent varier dans une large mesure, selon la nature du bois à traiter et celle du liquide traitant, mais elles peuvent facilement être déterminées par simple expérimentation.

A titre d'exemple, on a obtenu des valeurs représentatives en traitant du pin du Sud avec des sels CCA, et on a trouvé qu'on pouvait utiliser des températures allant d'environ 66°C (150°F) à environ 121°C (250°F). A des températures inférieures à celles-ci, les vitesses de réaction sont trop basses pour convenir, et à des températures plus élevées, le bois peut être endommagé. Le domaine de température préféré pour traiter le pin du Sud avec des sels CCA s'étend de 82°C (180°F) à 116°C (240°F) et, d'une manière encore préférable, de 93°C (200°F) à 110°C (230°F).

Les durées de traitement varient considérablement et, selon la température utilisée pour le cycle de traitement, des résultats satisfaisants ont été obtenus avec des durées de traitement allant d'une à sept heures. Des durées plus longues peuvent, bien sûr, être utilisées, mais dans l'intérêt de la productivité du procédé, il n'y a aucune raison de prolonger la durée du traitement après que les réactions désirées ont approché ou atteint leur achèvement.

#### Exemple 1 :

Une charge de pieux de tomate et de pieux de vigne en pin du Sud étuvé (contenant 15% d'humidité) consistant en trente pieux de tomate mesurant 2,5 cm × 2,5 cm × 183 cm, soit 35 dm<sup>3</sup> (1'' × 1'' × 72'', 1.25 cubic feet) et 15 pieux de vigne mesurant 4,1 cm × 4,1 cm × 183 cm, soit 47 dm<sup>3</sup> (1-<sup>5</sup>/<sub>8</sub>'' × 1-<sup>5</sup>/<sub>8</sub>'' × 72'', 1.65 cubic feet) subirent un traitement du type à cellules vides modifié avec une solution à 2,0% de CCA (calculé sous forme d'oxydes) de la façon suivante :

De l'air comprimé fut introduit dans le récipient de traitement pour atteindre une pression initiale de 0,7 atm (10 psi) qui fut maintenue pendant 5 mn. Le récipient fut alors rempli de solution CCA sans supprimer la pression initiale, et la pression fut augmentée jusqu'à 7 atm (100 psi) sur une période de 45 mn en augmentant la pression de 0,7 atm (10 psi) toutes les 5 mn.

L'excès de solution traitante fut évacué tout en maintenant la pression dans le cylindre à 7 atm (100 psi).

L'absorption brute de solution CCA pendant la période de mise sous pression fut de 575 g/dm<sup>3</sup> (35.9 lbs/cubic feet).

La charge fut traitée à la vapeur pendant 1 h 30 sous une pression de 7 atm (100 psi), une température maximale de 116°C (240°F) étant atteinte en 1 h et maintenue pendant 30 mn.

Un échantillon de rejet prélevé à la fin du traitement à la vapeur avait un pH de 3,1.

La charge fut soumise à un vide de 66 cm Hg (26'' Hg) pendant 1 h avant d'être sortie et pesée pour déterminer la rétention

de solution nette. La rétention de solution nette obtenue durant ce traitement fut de 163,7 g/dm<sup>3</sup> (10.22 lbs/cubic feet).

L'analyse de la solution traitante initiale et du rejet provenant du traitement de cette charge donna les résultats suivants:

Echantillon	pH	CuO	CrO <sub>3</sub>	As <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% de diminution de		
					CuO	CrO <sub>3</sub>	As <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
Solution traitante	1,5	0,345	0,958	0,718	—	—	—
Rejet	3,1	0,021	0,016	0,019	93,9	98,3	97,4

**Exemple 2:**

Précipitation du Cu et du Cr à partir du chromate de cuivre acide dans du pin du Sud étuvé (contenant 20% d'humidité) par traitement à la vapeur avant de permettre au rejet de se faire.

Une pièce de pin du Sud étuvé ayant 16,5 cm (6-1/2") de diamètre et 45,7 cm (18") de long fut imprégnée de la manière suivante:

**A. Solution de conservation:**

Une solution à 2,38% (calculé sur la base des oxydes) de chromate de cuivre acide fut préparée à partir d'un concentré commercial (Celcure) de cet agent de conservation contenant 3,84% de sulfate de cuivre (anhydre), 5,01% de bichromate de sodium (anhydre), et 0,20% d'acide chromique (anhydre), par dilution avec de l'eau. Le pH de cette solution fraîche était de 3,4.

**B. Cycle d'imprégnation:**

Une pression d'air initiale de 2,8 atm (40 psi) fut maintenue pendant 5 mn, le récipient de traitement fut rempli de solution de conservation sous cette pression, et la pression fut augmentée jusqu'à 9,8 atm (140 psi) et maintenue pendant 2 h.

L'excès de solution de conservation fut évacué du récipient tout en maintenant dans le cylindre une pression de 9,8 atm (140 psi).

Un échantillon de rejet fut prélevé à la fin de la période de mise sous pression mais avant de commencer le traitement à la vapeur, en réduisant momentanément et légèrement la pression. Le pH de cet échantillon de rejet était de 3,85.

L'absorption brute de solution traitante pendant la période de mise sous pression fut de 469,1 g/dm<sup>3</sup> (29.29 lbs/cubic feet).

La pièce fut traitée à la vapeur à 100° C (212° F) pendant 3 h tout en maintenant une pression de 9,8 atm (140 psi) dans le cylindre.

Un échantillon de rejet prélevé à la fin du traitement à la vapeur avait un pH de 5,45.

La pièce fut soumise à un vide de 66 cm Hg (26" Hg) pendant 1 h avant d'être sortie et pesée pour déterminer la rétention de solution nette.

Un échantillon d'égoutture obtenu pendant le vide final avait un pH de 5,50.

La rétention de solution nette obtenue durant ce traitement fut de 145,6 g/dm<sup>3</sup> (9,09 lbs/cubic feet) ce qui fait que l'absorption brute a été réduite de plus de 320 g/dm<sup>3</sup> (20 lbs/cubic feet).

Un disque découpé dans le milieu de cette pièce après traitement fut séché au four pour déterminer son contenu moyen d'humidité. Son contenu moyen d'humidité exprimé en pourcentage du poids après séchage au four était de 40,3%.

L'analyse du Cu et du Cr dans les échantillons obtenus pendant le traitement de cette pièce fournit les résultats exposés dans le tableau ci-dessous. Dans ce tableau, l'échantillon 1 représente la solution traitante initiale, l'échantillon 2 représente le rejet après imprégnation mais avant traitement à la vapeur, l'échantillon 3 représente le rejet après imprégnation et traitement à la vapeur, et l'échantillon 4 représente l'égoutture du bois pendant le vide final.

Echantillon	pH	% CuO	% de diminution de CuO	% CrO <sub>3</sub>	% de diminution de CrO <sub>3</sub>
1	3,40	0,717	—	1,661	—
2	3,85	0,628	12,41	1,527	8,07
3	5,45	0,014	98,06	0,027	98,37
4	5,50	0,025	96,58	0,009	99,46

Le disque découpé dans cette pièce après traitement à la solution et à la vapeur montre une pénétration complète de la solution de conservation.

**Exemple 3:**

Dans cet exemple, on a fait subir au bois un prétraitement du type à cellules vides avec une solution à 0,5% de Ba(OH)<sub>2</sub> avant le traitement au CCA pour déterminer si les sucres pouvaient être précipités dans le bois de manière à ce qu'ils ne contaminent pas le rejet.

L'analyse du rejet après le cycle d'imprégnation au CCA montra que la diminution de concentration était de 100,00% pour le CuO et de 99,56% pour le CrO<sub>3</sub> et le As<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, par rapport à la solution traitante.

Une quantité suffisante d'une solution concentrée de CCA fut ajoutée à une portion de rejet pour remonter sa concentration à 2,0% (calculé sur la base des oxydes). Aucun précipité n'apparut dans cet échantillon après deux semaines de stockage dans le laboratoire, indiquant que les sucres du bois ont été précipités à

l'intérieur et n'ont pas contaminé le rejet, pour autant que cela soit observable.

**Exemples 4-6:**

Dans les exemples 4 à 6, des échantillons de bois de pin du Sud furent traités avec des sels CCA dans différentes conditions, comme le montre le tableau suivant. Dans ce tableau, la colonne intitulée «Initiale atm (psi)» indique la pression à laquelle le bois a été soumis avant imprégnation. La colonne intitulée «Imprégnation atm (psi)» indique la pression qui a été établie dans le récipient de traitement après qu'il a été rempli de liquide traitant. La «Température de vapeur» est la température ultime atteinte, sur une période d'environ 1 h, après que la pression d'imprégnation a été imposée. La «Période sous pression» est la période durant laquelle le récipient fut maintenu à la pression d'imprégnation et à la température de traitement à la vapeur.

Les autres colonnes indiquent le pourcentage d'ingrédients actifs de la solution traitante initiale, du rejet, et le pourcentage des ingrédients actifs qui ont été retenus dans le bois. Remarquer que dans les exemples 4 et 5, où la température du récipient de

traitement n'a pas été augmentée au-dessus de la température ambiante, le dépôt des sels CCA était loin d'être terminé même après une période sous pression de 6 h. Par contre, l'exemple 6

montre qu'à une température de traitement à la vapeur de 99°C (210°F), bien plus de 95% des sels CCA ont été déposés dans le bois après une période sous pression de 2 h seulement.

Exemple	Initiale atm (psi)	Imprégnation atm (psi)	Température de vapeur	Période sous pression
4	0,7 (10)	7 (100)	sans	3 h
5	0,7 (10)	7,7 (110)	sans	6 h
6	0,7 (10)	8,4 (120)	99°C (210°F)	2 h

Solution traitante			Rejet			Sels retenus		
% CuO	% CrO <sub>3</sub>	% As <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% CuO	% CrO <sub>3</sub>	% As <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% CuO	% CrO <sub>3</sub>	% As <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
0,382	1,010	0,718	0,139	0,425	0,070	63,6	57,9	90,3
0,331	0,962	0,692	0,096	0,338	0,170	71,1	64,8	75,5
0,314	0,904	0,819	0,011	0,006	0,017	96,5	99,3	97,9

#### Exemple 7:

Une pièce de pin du Sud étuvé ayant 14,6 cm (5-3/4") de diamètre et 45,7 cm (18") de long fut imprégnée de la manière suivante:

##### A. Solution de conservation:

Solution aqueuse à 1,50% de pentachlorophénate de sodium de qualité technique; pH initial 10,3.

##### B. Cycle d'imprégnation:

Le bois fut placé dans un récipient de traitement sous pression et soumis à une pression d'air de 2,1 atm (30 psi). Sans supprimer cette pression, le récipient fut rempli de solution de conservation et la pression de l'air fut augmentée jusqu'à 10,5 atm (150 psi) et maintenue pendant 2 h.

La solution traitante fut évacuée tout en maintenant la pression dans le cylindre à 10,5 atm (150 psi). L'absorption brute de produit traitant pendant la période sous pression fut de 522,6 g/dm<sup>3</sup> (32.63 lbs/cubit feet).

Le bois fut traité à la vapeur pendant 3 h à 100°C (212°F) tout en maintenant une pression de 10,5 atm (150 psi) dans le cylindre. Un échantillon de rejet prélevé en réduisant momentanément la pression à la fin de la période de traitement à la vapeur avait un pH de 5,0. Le bois fut soumis à un vide de 66 cm Hg (26" Hg) pendant 1 h, puis il fut sorti du cylindre et pesé. La rétention de solution nette par gain de poids pendant le traitement fut de 122,2 g/dm<sup>3</sup> (7.63 lbs/cubit feet) ce qui signifie que le pourcentage de rejet par rapport à l'absorption brute totale était de 76,6%.

Un échantillon d'égoutture recueilli pendant le vide final avait un pH de 5,15.

##### C. Analyse de sondages pour la recherche du PCP:

Trois carottes pour mesurer l'augmentation en profondeur furent tirées à mi-longueur de la pièce à des intervalles de 120° le long d'une circonférence. Ces carottes furent sectionnées en segments de 1,27 cm (1/2") et le PCP y fut analysé par la méthode de la calcination à la chaux. Les résultats de l'analyse furent:

Profondeur à partir de la surface - cm (inches)	Quantité de PCP contenue g/dm <sup>3</sup> (lbs/cu. ft.)
0,00-1,27 (0.0-0.5)	6,33 (0.395)
1,27-2,54 (0.5-1.0)	2,47 (0.154)
2,54-3,81 (1.0-1.5)	3,12 (0.195)
3,81-5,08 (1.5-2.0)	2,47 (0.154)

##### D. Analyse du PCP dans la solution de traitement initiale et dans le rejet:

Le PCP fut analysé par la méthode de la calcination à la chaux dans des échantillons de solution traitante et de rejet après traitement à la vapeur, ce qui a donné les résultats suivants:

	% PCP
Solution traitante initiale	1,143
Rejet après traitement à la vapeur	0,026

Le pourcentage de diminution de concentration du PCP (représentant celui qui a été retenu dans le bois) fut de 97,7%.

##### E. Essai pour déterminer la fixation du PCP dans le bois:

Méthode générale: Un disque de 1,9 cm (3/4") d'épaisseur fut découpé à mi-longueur du morceau de poteau traité. Une bande de 1,9 cm (3/4") de largeur fut sciée dans ce disque de manière que le cœur soit au centre de la bande. Les 7,62 cm extérieurs de chaque côté du cœur dans cette bande furent sectionnés en morceaux successifs de 1,27 cm (1/2") destinés à l'essai à l'acide et en morceaux successifs de 2,54 cm (1") pour la détermination du pH.

Méthode de l'essai à l'acide: Chaque morceau fut débité en pièces carrées de 0,32 cm (1/8") qui furent recouvertes de 50 ml d'eau distillée bouillante. Le mélange fut agité pendant 30 mn et filtré au travers de papier filtre Whatman 541. 3 ml de filtrat furent mis dans un tube à essai et on y ajouta du HCl dilué pour voir si du PCP précipite par addition de HCl. (Remarque: la sensibilité de cette méthode est de 100 ppm.)

Résultats de l'essai à l'acide:

Distance de l'échantillon à la surface - cm (inches)	Précipité	
	Présent	Absent
0,00-1,27 (0.0-0.5)	très léger	
1,27-2,54 (0.5-1.0)		oui
2,54-3,81 (1.0-1.5)		oui
3,81-5,08 (1.5-2.0)		oui
5,08-6,35 (2.0-2.5)		oui
6,35-7,62 (2.5-3.0)		oui

##### F. Taux d'humidité après traitement:

Un disque de 1,9 cm (3/4") d'épaisseur fut scié à mi-longueur du morceau de poteau traité et séché au four pour déterminer le taux moyen d'humidité immédiatement après le traitement. Le taux d'humidité de ce disque était de 38,6%.

**Exemple 8:**

Dans l'exemple 7, on ne comptait que sur l'acidité du bois pour réduire le pH de la solution traitante et précipiter le PCP à l'intérieur du bois. Ici, le bois fut d'abord traité à l'acide acétique par un procédé à cellules vides modifié avant l'imprégnation avec la solution de pentachlorophénate, pour voir si l'acidité ajoutée rendrait le procédé plus efficace.

Un échantillon de bois de pin du Sud fut placé dans un récipient de traitement et soumis à une pression d'air de 0,7 atm (10 psi). Sans supprimer cette pression, une solution 0,8 molaire d'acide acétique glacial fut introduite dans le récipient et la pression d'air fut augmentée jusqu'à 8,4 atm (120 psi) et maintenue pendant 2 h. L'acide acétique fut évacué tout en maintenant la pression d'air à 8,4 atm (120 psi), et le bois fut alors traité à la vapeur pendant 3 h à 99°C (210°F). La pression fut alors supprimée et le vide appliqué pendant 1 h.

Immédiatement à la suite du précédent traitement du bois, les mêmes opérations furent répétées en utilisant une solution alcaline à 4% de pentachlorophénate de sodium comme liquide d'imprégnation.

Après traitement au PCP, on trouva que le rejet contenait moins de 0,008% de PCP, ce qui montrait donc que plus de 99,8% du PCP de la solution traitante avait été déposé dans le bois. Un essai pour déterminer le PCP relâché par le bois comme il est décrit dans l'exemple 7 a été fait et les résultats en furent négatifs, ce qui montra que le PCP précipité dans le bois ne pouvait être relâché en quantité observable (c'est-à-dire supérieure à 100 ppm) en faisant bouillir le bois traité dans de l'eau.

Des sondages ont été effectués dans le bois traité et la quantité de PCP déposée dans le bois fut déterminée, à différentes profondeurs, par la méthode de la calcination à la chaux:

Profondeur à partir de la surface - cm (inches)	Quantité de PCP contenue g/dm <sup>3</sup> (lbs/cu. ft.)
0,00-1,27 (0.0-0.5)	17,74 (1.077)
1,27-2,54 (0.5-1.0)	13,55 (0.8462)
2,54-3,81 (1.0-1.5)	12,68 (0.7918)
3,81-5,08 (1.5-2.0)	12,27 (0.7663)

Les exemples 7 et 8 ci-dessus démontrent que le PCP précipité chimiquement est fermement retenu et n'est pas relâchable ou, s'il l'est, ce n'est que par traces. Il est parfaitement évident qu'en réalisant une telle fixation du PCP dans le bois, l'efficacité de la conservation du bois se maintiendra sur une très longue période.

Un autre avantage de la fixation du PCP dans le bois réside dans le fait que le danger potentiel que représente le PCP pour l'environnement est très diminué lorsque le PCP est fermement retenu dans le bois. Par opposition avec les résultats obtenus dans la pratique de cette invention, lorsque des solvants pétroliers conventionnels à haut point d'ébullition sont employés et que le PCP n'est pas précipité dans le bois mais maintenu en solution par les solvants organiques, le PCP peut être relâché par le bois pendant une certaine période, selon certains facteurs tels que le

type de terre et autres conditions du sol auxquels le bois est exposé, les changements de température, de pression atmosphérique, d'humidité et autres conditions ambiantes.

**Exemple 9:**

Une charge de poteaux de clôture en pin séché à l'air (25% d'humidité) mesurant environ 10 cm × 259 cm (4" × 8'6") fut placée dans un récipient de traitement sous pression et de l'air comprimé fut introduit dans le récipient de manière à atteindre une pression initiale de 1,4 atm (20 psi) qui fut maintenue pendant 5 mn. Le récipient fut alors rempli de solution CCA (voir tableau 1) tout en maintenant la pression initiale, et la pression fut augmentée jusqu'à 9,8 atm (140 psi) sur une période d'environ 55 mn. La température de la solution d'imprégnation CCA était d'environ 32°C (90°F) et l'absorption brute réalisée fut de 503 g/dm<sup>3</sup> (31.4 lbs/cubit feet).

Lorsque l'absorption brute désirée fut obtenue, la vapeur fut envoyée dans les serpentins à l'intérieur du cylindre et la solution CCA du cylindre fut portée à 93°C (200°F) en 30 mn et fut maintenue à cette température pendant 60 mn. On ne remarqua aucune précipitation de sels CCA dans la solution traitante au cours de ce cycle de chauffage.

À la fin de la période de chauffage, la solution CCA fut évacuée du cylindre sans permettre à la pression dans le système de changer, puis la pression fut supprimée pour recueillir le rejet séparément de la solution CCA. La température du rejet était de 82°C (180°F). Après suppression de la pression dans le système, un vide final de 63,5 cm Hg (25" Hg) fut appliqué pendant 60 mn.

Le bois fut sorti du cylindre et pesé. La rétention de solution traitante nette fut déterminée et trouvée égale à 112 g/dm<sup>3</sup> (7 lbs/cubit feet).

Les résultats des analyses pratiquées sur le CCA avant le traitement, après le traitement et le chauffage et sur un échantillon de rejet après le chauffage sont exposés dans le tableau 1:

Tableau 1

Solution	pH	Concerne des métaux (% calcium sous forme d'oxyde)			
		CuO	CrO <sub>3</sub>	As <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Sels totaux
CCA avant le traitement	1,92	0,304	0,870	0,643	1,817
CCA après traitement et chauffage	2,03	pratiquement les mêmes que ci-dessus			
Rejet	4,18	0,008	0,017	0,022	0,047

Une carotte pour mesurer la variation en profondeur fut tirée à mi-longueur de chaque poteau et soumise à l'analyse pour déterminer la rétention de Cu, Cr et As après le traitement. Ces carottes furent débitées en segments de 1,27 cm (1/2") et les segments équivalents furent réunis pour l'analyse. Les résultats de ces analyses sont exposés dans le tableau 2.

Tableau 2

Profondeur à partir de la surface - cm (inches)	Rétention des métaux (calcium sous forme d'oxyde) g/dm <sup>3</sup> (lbs/cu. ft.)			
	CuO	CrO <sub>3</sub>	As <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Sels totaux
0,00-1,27 (0.0-0.5)	2,58 (0.161)	5,64 (0.352)	4,02 (0.251)	12,24 (0.765)
1,27-2,54 (0.5-1.0)	1,97 (0.123)	3,91 (0.244)	0,30 (0.019)	6,17 (0.385)
2,54-3,81 (1.0-1.5)	1,19 (0.074)	2,83 (0.177)	0,22 (0.014)	4,24 (0.265)

Le procédé à cellules vides modifié faisant l'objet de cette invention a été décrit en premier lieu comme concernant l'imprégnation du bois avec des phénates de sodium chlorés et des sels CCA, mais les personnes connaissant normalement l'art du traitement du bois comprendront très bien que l'invention a son utilité dans le traitement du bois avec d'autres produits de conditionnement. Par exemple, les substances transportées dans l'eau peuvent comprendre les agents attendrisseurs de bois, les agents empêchant le bois de travailler, les générateurs de film, les agents colorants, les retardateurs d'inflammation, les agents antistatiques, les stabilisateurs dimensionnels, et autres agents de traitement du bois. Le procédé faisant l'objet de l'invention peut aussi être utilisé pour extraire des substances, telles que les sucres, du bois, ou à l'inverse, pour précipiter les sucres dans le bois avant une étape ultérieure de traitement. Le pH du liquide traitant peut être ajusté pour rendre maximale la solubilisation des sucres et, si le but recherché est de fixer les sucres dans le bois, des cations, tels que le baryum ou le cuivre, peuvent être inclus dans le liquide de traitement pour former des produits insolubles avec les sucres.

Le procédé à cellules vides faisant l'objet de cette invention rend possible la conduite d'une pluralité d'imprégnations séquentielles sans faire intervenir les étapes de séchage ou de traitement requises par le procédé à cellules pleines. Par exemple, presque immédiatement après avoir été traité avec des sels CCA selon cette invention, le bois peut être imprégné d'un agent de conservation à base de pétrole. Un autre exemple consisterait à faire suivre le traitement au CCA par un traitement au PCP. Cela augmente le degré de protection du bois et c'est un avantage lorsque les sels d'arsenic doivent être exclus du liquide traitant à cause du danger qu'ils présentent pour l'environnement.

Dans une autre modification de cette invention, des sels CCA peuvent être déposés dans les parties externes du bois tandis que le bois est traité avec une solution de PCP et un hydrocarbure liquéfié. Lorsque la pression du système est supprimée, la vaporisation de l'hydrocarbure provoque le rejet du liquide traitant CCA.

Dans les exemples précédents, la solution traitante était évacuée du récipient contenant le bois (tout en maintenant les pressions d'imprégnation) avant que le bois soit chauffé. Cela n'est pas essentiel, et, si on le désire, la température du bois peut être élevée par chauffage de la solution d'imprégnation (par des serpentins à vapeur, par exemple) avant qu'elle soit évacuée du récipient. Dans une autre variante de la pratique de cette invention, la solution traitante peut, dans certains cas, être chauffée avant d'être introduite dans le récipient. D'une autre manière, le liquide traitant peut être évacué du récipient tout en maintenant une pression suffisante pour éviter le rejet, et de la vapeur ou un second liquide peut être employé pour chauffer le bois.

A ce dernier point de vue, un liquide peut être introduit dans le récipient tout en maintenant une pression suffisante pour éviter le rejet. Si un bain d'eau chaude est utilisé pour ce traitement final, il peut se révéler avantageux d'y inclure des substances de traitement du bois transportées dans l'eau comme celles qui ont été mentionnées ci-dessus, à savoir les agents attendrisseurs de bois, les agents empêchant le bois de travailler, les générateurs de film, les agents colorants, les retardateurs d'inflammation, les agents antistatiques, les stabilisateurs dimensionnels, et autres agents de traitement du bois. D'une autre manière, si le premier traitement a été fait avec du PCP, une solution diluée de sels CCA peut avantageusement être ajoutée à l'eau pour fournir une protection supplémentaire de la surface du bois. Comme les sels CCA adhèrent fermement au bois, cette protection supplémentaire peut se révéler valable pour se protéger d'une éventuelle perte ou migration du PCP des parties externes du bois. Ainsi, on comprend que cette étape finale de traitement ne serve pas qu'à favoriser la précipitation ou la fixation de l'agent de conservation au bois, mais aussi à améliorer les propriétés, de surface au moins, du bois.