



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1005470A7

NUMERO DE DEPOT : 09200553

Classif. Internat. : B09B C08J D04H

Date de délivrance le : 03 Aout 1993

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 15 Juin 1992 à 15H10 à l'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : RUTGERSWERKE AKTIENGESELLSCHAFT
Mainzer Landstrasse 217, D-6000 FRANKFURT/MAIN 1 (REPUBLIQUE FEDERALE D'ALLEMAGNE)

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

un brevet d'invention d'une durée de 6 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE POUR LA REUTILISATION DE THERMODURCISSEMENT CONTENANT DES FIBRES.

INVENTEUR(S) : Gardziella Arno, Rüdingerhauser Berg 4, D-5810 Witten-Rüdingerhaus (DE); Hansen Achim, Hammer Dorfstrasse 85, D-4000 Düsseldorf 1 (DE); Adolphs Peter, Tellenkamp 2, D-5750 Menden-Halingen (DE); Müller Franz-Josef, Vor dem Hopey 8, D-5860 Iserlohn (DE); Duda Horst, Vor dem Hopey 2, D-5860 Iserlohn (DE)

PRIORITE(S) 03.07.91 DE DEA 4121991

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 03 Aout 1993
PAR DELEGATION SPECIALE :

WUYTS L
Directeur

**"Procédé pour la réutilisation de thermodurcissables
contenant des fibres"**

L'invention concerne un procédé pour la réutilisation de structures fibreuses en nappe impré-
5 gnées ou revêtues de thermodurcissables, le thermodur-
cissable n'étant pas encore entièrement durci mais se
trouvant dans un état morphologique intermédiaire.

Lors de la transformation de structures fibreuses imprégnées de thermodurcissables, il se forme
10 des déchets qui doivent être envoyés à la décharge. Un
exemple pour cela est la fabrication de meules tronçon-
neuses ou de disques abrasifs. Dans ce cas par exemple,
des tissus en fibres de verre sont imprégnés de solu-
tions de résines durcissables à base de phénol et, après
15 séchage entre 80 et 160°C, on découpe à partir de là, à
la matrice, des disques circulaires. Les disques sont
enduits d'un mélange pour disques abrasifs et durcis.
Etant donné que le processus de séchage n'est conduit
que jusqu'à un point où, d'une part la résine est non
20 collante et, d'autre part elle n'est pas encore passée
à l'état B selon DIN 16916, partie 1, la résine se
trouve dans un état morphologique intermédiaire.

Un autre exemple sont les déchets provenant de la transformation des préimprégnés. Les tissus de
25 fibres sont par exemple imprégnés d'une solution de
résine époxydique et séchés. L'état collant et le temps
de gélification résiduel sont réglables par la tempéra-
ture du four. Les préimprégnés sont découpés à la
dimension, déposés sur la surface du moule et durcis
30 sous pression. Comme dans le cas présent également la
résine commence en effet à gélifier mais n'a pas complè-

tement durci, elle se trouve également dans un état morphologique intermédiaire.

Un autre exemple sont les déchets de coupe provenant de papier-filtre technique qui est par exemple imprégné de résines phénoliques. Il est connu de broyer des thermodurcissables renforcés durcis tels que par exemple des papiers bakélinés et d'y incorporer en tant que matière de charge des matières à mouler à base de résine phénolique (Becker/Braun : Kunststoffhandbuch, édition Hanser, volume 10, "Duroplaste"). L'emploi de cette matière de charge - bien que de qualité supérieure - entraîne cependant un renchérissement de la matière à mouler par suite des coûts de broyage élevés. Etant donné que de faibles proportions de produit de régénération accroissent la viscosité à l'état fondu de la matière à mouler et modifient de ce fait le comportement à l'écoulement - durcissement, l'utilisation du produit de régénération par le transformateur de matières à mouler conduit fréquemment à des problèmes de qualité.

Les tentatives pour désagréger chimiquement de tels déchets ou les soumettre à une pyrolyse ne se sont pas imposées jusqu'à ce jour. En particulier, avec une forte proportion des fibres longues, il faut compter avec des problèmes technologiques considérables. La nouvelle version du catalogue des déchets pour 1985 remaniée par un groupe de travail de la Länderarbeitsgemeinschaft Abfall subdivise les déchets thermodurcissables en deux catégories : déchets durcis et déchets non durcis. D'après cela, les déchets durcis peuvent être envoyés à la décharge comme les ordures ménagères, c'est-à-dire déposés dans une décharge contrôlée ou incinérés dans une installation d'incinération des ordures ménagères. Les déchets non durcis dont l'élimination fait l'objet de cette invention doivent être traités en tant qu'ordures spéciales. Ils sont soumis à l'obligation de vérification et doivent, dans la mesure

du possible, être acheminés vers une incinération d'ordures spéciales.

5 Etant donné que l'élimination d'un résidu par incinération est à considérer comme le dernier recours lorsqu'une réutilisation n'est pas possible, il se posait alors le problème de traiter les déchets provenant de structures fibreuses imprégnées ou revêtues de thermodurcissables non durcis de telle manière qu'une réutilisation soit possible.

10 Le problème est résolu par le fait que les déchets éventuellement broyés sont extraits à l'aide d'un solvant de bas point d'ébullition approprié et que la solution de thermodurcissable ainsi obtenue est séparée des matières fibreuses et est réutilisée, au
15 besoin après concentration, pour l'imprégnation de structures fibreuses en nappe.

Par structures fibreuses planes, on entend des treillis, des tissus, des garnitures, des contreplaqués, des papiers, des nappes, etc. en fibres minérales
20 et organiques.

Des solvants appropriés sont par exemple l'acétone, l'alcool à brûler et le méthanol. L'extraction peut être effectuée à la température ambiante, cependant on extrait de préférence à température accrue
25 pour accélérer le processus.

L'extraction a lieu en continu ou en discontinu dans des appareils d'extraction appropriés à bon pouvoir de séparation qui peuvent être équipés, le cas échéant, de réfrigérants à reflux et d'agitateurs à
30 brassage intense.

Les matières fibreuses séparées par filtration peuvent être séchées, broyées et ensuite utilisées comme matières de charge dans des matières à mouler, des produits pour garnitures de friction, entre autres. Or,
35 selon un aspect préféré de l'invention, les matières fibreuses sont transformées, selon les procédés humides

connus, en nappes, papier, cartons bruts, entre autres. Par ce moyen, il est possible de préparer des produits spécifiques, même à partir des matières fibreuses qui s'accumulent.

5 Cependant, il est tout à fait surprenant que la solution du thermdurcissable se trouvant dans un état morphologique intermédiaire, éventuellement après distillation d'une partie du solvant, puisse être utilisée pour l'imprégnation de structures fibreuses en
10 nappe, sans que les propriétés des structures fibreuses séchées ou durcies se détériorent par rapport à celles des structures imprégnées d'une solution de résine fraîche.

 Il est également possible de mélanger le
15 thermdurcissable en solution obtenu par extraction, avec des résines fraîches ou leur solution et de se servir du mélange pour l'imprégnation. La teneur en résine peut être ajustée par l'addition de résines fraîches de sorte que l'on économise une distillation
20 d'une partie du solvant. Les thermdurcissables dissous et éventuellement concentrés peuvent toutefois être ajoutés par mélange à la solution d'imprégnation obtenue à partir de résines fraîches. Cette variante opératoire est surtout avantageuse lors de l'imprégnation en
25 continu.

 Il en va de même pour les matières fibreuses qui peuvent être transformées, seules ou en mélange avec des matières fibreuses fraîches, en des nappes et en des produits analogues. Par imprégnation, on peut à nouveau
30 préparer à partir de là des produits spécifiques sans qu'il soit nécessaire d'éliminer des déchets quels qu'ils soient.

 L'invention sera expliquée plus en détail à l'aide des exemples suivants, sans toutefois y être
35 limitée.

EXEMPLESExemple 1

5 kg de déchets d'estampage d'un tissu de verre imprégné de résine phénolique sont extraits avec du méthanol dans un extracteur semi-industriel jusqu'à absence totale de collant.

Les fibres de verre sont séchées, fragmentées dans un broyeur à couteaux jusqu'à une longueur de fibre de 4 mm et acheminées dans l'exemple 2 sous forme de fibres régénérées.

La solution d'extraction est ajustée à une teneur en résine de 50 % et utilisée sous forme de résine régénérée dans l'exemple 3.

Exemple 2

50 parties en poids d'un mélange de fibres textiles sont intimement mélangées avec 20 parties en poids de fibres régénérées selon l'invention provenant de l'exemple 1 et 30 parties en poids d'une résine en poudre obtenue à partir de 92 parties en poids de novolaque avec un point de fusion de 85°C selon DIN 16916, partie 1 et de 8 parties en poids d'hexaméthylène-tétramine.

Pour la confection d'un non tissé, la matière est soumise à une formation de nappe par voie aérodynamique et déposée sur un tamis en tôle perforée. La structure de non tissé non durcie ainsi obtenue est préchauffée dans une étuve à environ 120°C et ensuite pressée dans une presse à 180°C en des plaques de 250 mm x 250 mm. Les plaques ainsi obtenues sont comparées en ce qui concerne la résistance (contraintes, flexion) et l'odeur avec un matériau en plaque de production dans lequel a été mis en oeuvre un mélange de fibres exempt de fibres régénérées.

Comparaison en ce qui concerne la résistance : pas de différences notables.

Comparaison concernant le test d'odeur (test d'odeur selon Ford) : note 2,0 à 2,1 lors de l'emploi des fibres régénérées selon l'invention, note 2,3 à 2,6 pour le matériau de production avec un mélange de fibres non modifié (la qualité d'odeur augmente avec la notation décroissante).

Exemple 3

Une partie en volume de la solution de résine régénérée provenant de l'exemple 1 est mélangée avec une partie en volume d'une solution méthanolique du commerce à 50 % d'un mélange composé de parties en poids égales de novolaque phénolique et de résol phénolique. Le mélange ainsi obtenu est mis en oeuvre dans une installation d'imprégnation pour l'imprégnation, selon la manière usuelle, de tissus de verre. Le tissu imprégné et séché ainsi obtenu est non collant et stockable pendant une période prolongée. Même après un stockage prolongé, il ne présente pas de tendance à la fragilisation et peut, après estampage selon la manière usuelle, être utilisé pour la fabrication de disques abrasifs renforcés. En comparaison avec des disques abrasifs de production, dont le tissu de renforcement était imprégné de solutions de résine sans addition de produit de régénération, il ne présente pas de différences de qualité.

REVENDICATIONS

1. Procédé pour la réutilisation de déchets
provenant de structures fibreuses imprégnées ou revêtues
de thermodurcissables non durcis, caractérisé en ce que
5 les déchets, au besoin préalablement broyés, sont
extraits à l'aide d'un solvant de bas point d'ébullition
approprié et que la solution de thermodurcissable ainsi
obtenue est séparée des matières fibreuses et est
réutilisée, éventuellement après concentration, pour
10 l'imprégnation de structures fibreuses en nappe.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on emploie en tant que solvant, au moins un solvant du groupe de l'acétone, de l'alcool à brûler et du méthanol.

15 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'extraction s'effectue en continu ou en discontinu dans des appareils d'extraction appropriés qui sont au besoin équipés d'agitateurs à brassage intense et de réfrigérants à reflux.

20 4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la concentration de la solution de thermodurcissable s'opère par addition de résines fraîches.

25 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les matières fibreuses séparées, séchées et broyées sont utilisées pour la fabrication de matières à mouler, de produits pour garnitures de friction et analogues.

30 6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les matières fibreuses séparées et éventuellement séchées sont transformées en des produits en nappe, de type non tissé.

35 7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que les produits en nappe sont des papiers et des cartons bruts.