

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :  
(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

**2 491 821**

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

**N° 80 22199**

(54) Procédé de recyclage de déchets fibreux par moulage avec des résines phénoliques et produits expansés et moulés obtenus.

(51) Classification internationale (Int. Cl. 3). B 29 G 7/02; B 29 C 29/00; B 29 H 19/00, 19/06;  
B 29 J 1/02.

(22) Date de dépôt ..... 14 octobre 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du  
public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 15 du 16-4-1982.

(71) Déposant : Société anonyme dite : SOMMER SA, résidant en France.

(72) Invention de : Alain Leclerc, Gérard Valenduc et Roland Lodel.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Germain et Maureau, Le Britannia, Tour C,  
20, bd E.-Déruelle, 69003 Lyon.

Procédé de recyclage de déchets fibreux par moulage avec des résines phénoliques et produits obtenus.

Les usines de production de revêtements de sol ou de mur produisent un grand volume de déchets à constituants essentiellement textiles et plastiques, provenant notamment de chutes et de lisières de fabrication. Ces déchets sont non recyclables 5 dans la production par les techniques de fabrication actuelles.

Une étude réalisée en 1974 indique qu'il y aurait 20.000 t/an de déchets industriels plastiques-textiles en France et plus de 100.000 t/an dans la CEE.

On peut estimer que ces déchets sont constitués à 10 raison d'environ un tiers par de la matière plastique du type PVC supporté, à majorité de PVC et deux tiers de déchets fibreux, à majorité textile.

L'impossibilité actuelle de recycler ces matières entraîne une perte importante de matière première, des frais de transport 15 pour leur mise à la décharge et une atteinte à l'environnement. par suite de la présence de constituants non biodégradables.

On connaît actuellement certains procédés de traitement de déchets de PVC supporté, à majorité de PVC comportant l'obtention par mélange à l'état fondu d'un alliage polymérique. 20 On peut citer notamment le procédé à vis Patfoord (CRIF), le procédé Holzapfel (Replag) et le procédé Reverzer (Mitsubishi).

Pour le traitement de déchets à majorité textile, on peut recourir à une technique d'agglomération en présence de liants, mais cette technique est peu développée actuellement.

25 La présente invention vise à la mise au point d'une procédé d'agglomération de déchets fibreux contenant éventuellement des matières plastiques non fibreuses du type prémentionné, en vue d'obtenir des produits à rapport coût/performances (en particulier propriétés isolantes et mécaniques) intéressant.

30 Un débouché commercial particulièrement intéressant est la réalisation d'un produit présentant de bonnes propriétés

- 2 -

mécaniques, en formes réalisables par moulage.

Le procédé selon l'invention est caractérisé par le fait que des déchets fibreux contenant éventuellement des matières plastiques non fibreuses, subissent un traitement à l'aide d'un broyeur à couteaux de manière à obtenir un produit broyé dont la plus grande dimension est inférieure à 5 mm, et est de préférence de l'ordre de 1 à 2 mm, suivi d'un mélange d'homogénéisation avec au moins une résine phénolique et un catalyseur adéquat ainsi qu'un agent gonflant, après quoi le produit est transféré sur les plateaux d'une presse chauffée au moins à la température d'expansion du produit, qui est maintenue d'abord en fermeture complète, ce qui provoque l'étalement du produit dans la presse et dont les plateaux sont ensuite espacés afin de produire une expansion du produit tout en assurant leur moulage sur toutes leurs faces apparentes.

Les déchets du type précité convenant particulièrement pour la mise en pratique de l'invention peuvent être des chutes et lisières de fabrication de revêtements de sols en PVC sur fibres de jute, en fibres de polyamides avec adjonction possible de polyester et/ou de polypropylène ou en fibres de polyamides (avec adjonction possible de polyester et/ou de polypropylène), de latex SBR et d'autres déchets fibreux.

Les fibres que ces déchets contiennent sont à majorité de nature textile; il s'agit notamment de produits aiguilletés ou tuftés, dont la nature est telle qu'une récupération par effilochage n'est pas envisageable économiquement.

De manière générale, les déchets contiennent aussi bien des matières thermodurcissables que thermoplastiques.

Le broyage de ces matières peut s'effectuer avec n'importe quelle installation connue du type broyeurs à couteaux.

La réalisation du mélange homogène s'effectue dans un mélangeur lent du type mélangeur LODIGE pendant une durée de l'ordre de 2 à 10 minutes. C'est au cours de cette opération qu'on ajoutera au moins une résine phénolique et un catalyseur corres-

- 3 -

pondant ainsi que l'agent gonflant.

Comme agents gonflants (ou moussants) on a recours de préférence à des hydrocarbures ou à des hydrocarbures chloro-fluorés présentant un point d'ébullition de l'ordre de 50 à 5 120°C.

L'hexane s'est révélé un agent d'expansion intéressant en combinaison avec le type de déchets traités et le choix d'une résine phénolique. Dans le cas de l'utilisation de l'hexane, les plateaux de la presse sont chauffés à une température de 10 l'ordre de 160 à 170°C. Cette température assure également la polycondensation de la résine.

Les résines phénoliques sont de préférence des résines phénol-formaldéhyde liquides du type Résol réticulables ou polycondensables à chaud.

15 Le catalyseur sera de préférence un catalyseur acide fort tel que l'acide sulfurique diulé, l'acide phénolsulfonique etc..

La pression appliquée initialement à la presse doit être suffisante pour étaler et former le produit de manière régulière.  
20 Les deux plateaux de presse seront conformés en fonction de la forme (exception faite de l'épaisseur) que l'on désire donner au produit fini.

On applique avantageusement la pression de moulage jusqu'à ce qu'une valeur de 150 bars ou une durée de 5 secondes soit 25 réalisée, après quoi on relâche la pression.

Lorsque la pression est ainsi relâchée, la température de la presse et le caractère exothermique de la réaction de polycondensation provoque la vaporisation de l'agent gonflant et confère au produit sa structure expansée.

30 La presse est maintenue à température à l'état relâché pendant un temps suffisant pour obtenir le temps de cuisson nécessaire à la réalisation d'un produit de propriétés adéquates.

La durée totale de l'opération dépend de la température appliquée et peut varier de 30 minutes pour une température de 35 130°C à 10 minutes pour une température de 150°C, par exemple.

- 4 -

La technique utilisée permet d'obtenir des produits moulés de bonne rigidité et présentant de bonnes propriétés d'isolation phonique et autres, qui sont dues à la nature isolante intrinsèque des déchets mis en oeuvre et à leur caractère de mousse résultant de l'utilisation d'un agent gonflant.

Le temps nécessaire à la production est également considérablement réduit, comparé à des produits formés par moulage simple (sans utilisation d'une presse) qui nécessite des temps de cuisson atteignant deux heures.

L'invention sera décrite plus en détail à l'aide des exemples qui suivent donnés à titre d'illustration.

Exemples

On a réalisé différents échantillons constitués comme suit :

- 15 - résine 1207 N (Résol)  
- déchets - fibres PA  
- catalyseur  
- agent d'expansion (hexane).

Les différentes variantes opératoires sont reprises dans le tableau I qui suit.

Dans tous les essais les différents constituants sont introduits dans les proportions indiquées avec addition de 1 % de Rhodorsyl dans un moule sans préchauffage. Dans les exemples 1 à 12 on permet à la température indiquée une expansion libre sous l'effet de l'hexane tandis que dans les exemples 13 à 19 le moulage s'effectue sous pression de 150 bars et, dès que les 150 bars sont atteints et à peu près stables, on relache la pression. Dans ce cas, le temps de cuisson est décompté à partir du moment où la température est atteinte. On place des cales de l'épaisseur voulue et le refroidissement s'effectue donc sans pression. Le mélange à la main s'effectue par malaxage de 5 mm dans un récipient évasé et a un aspect très homogène contrairement au malaxage à la spatule.

Les tableaux II et III donnent pour les différents échantillons, les résultats d'essai de flexion et de traction.

- 5 -

Les abréviations utilisées dans les tableaux II et III sont les suivantes :

Abréviations du tableau II :

e = épaisseur (cm) de l'échantillon testé

5 l = largeur (cm)

L =  $15 \times e$  (cm) = distance d'appui D

F1    { flèche (cm)              { dans la zone de module élastique  
P1    { résistance (kg)          }

F2    { flèche (cm)              { à la rupture  
10 P2   { contrainte (kg)       }

E = Module d'élasticité (bars)

R<sub>3</sub> = Contrainte à la rupture (en bars).

Abréviations du tableau III :

e = épaisseur (cm) { de l'éprouvette  
15 l = largeur (cm) }

AL = allongement (cm) { à la rupture  
P = Résistance (kg) }

R = Contrainte à la rupture (bars)

AL =  $\frac{\Delta^1}{l} \times 100$  Allongement relatif (en %).

Ex.	poids de polyamide (g.)	Résine (g.)	Catalyseur (g.)	hexane (g.)	T° °C	Temps de cuisson mn	Refroid. mn	Epais. tissu de verre mm	Emploi avec	Gales épais. mm	Densité	Malaxage
1	48	14,4	0,43	5	90	15	15	6,6		5	0,574	spatule
2	48	14,4	0,43	5	90	15	15	7,1		5	0,582	spatule
3	48	14,4	0,43	5	90	15	15	6,6	avec	5	0,580	spatule
4	48	20	3,5	5	100	30	15	5,4		5	0,802	spatule
5	48	20	3,5	5	120	30	15	4,8		6	0,891	spatule
6	48	20	3,5	5	130	30	15	6,8		7	0,639	spatule
7	50	20	3,5	5	140	30	15	6,8		7	0,634	spatule
8	50	20	3,5	5	130	30	15	6,9		7	0,657	spatule
9	50	20	3,5	5	130	30	15	6,8		7	0,676	spatule
10	50	25	5,0	5	130	30	15	6,8		7	0,776	spatule
11	50	25	5,0	5	130	30	15	6,7		7	0,723	spatule
12	40	20	4,0	5	130	30	15	6,6	avec	7	0,583	spatule
13	51	15	3,0	5	150	30	15	9,1		10	0,504	main
14	50	25	3,1	5	150	10	15	8,8		10	0,590	main
15	50	25	3,75	5	150	10	15	9,9		11	0,496	main
16	50	25	3,75	5	180	10	15	9,8		11	0,525	main
17	50	50	7,50	5	150	10	15	10,8		11	0,591	main
18	50	25	3,75	5	150	10	15	11,3		12	main	
19	50	25	3,75	7,5	150	15	15	10,0		11	0,501	main

5  
10  
15  
20  
25  
30

TABLEAU II (flexion)

Ex.	e	1	$L = 15 \text{ e}$	F1	F2	P1	P2	E	R3
1		2,5							
2								(éprouvette cassée)	
3						"	"		
4	0,543	8,1	0,22	2,07	0,550	2,000	844	33	
5	0,479	7,2	0,07	1,53	1,500	7,400	7 238	139	
6						(éprouvette cassée)			
7	0,684	10,3				(éprouvette cassée)			
8	0,692	10,4	0,15	1,10	1,000	4,200	2 250	55	
9	0,683	10,2	0,08	1,30	1,100	1,900	4 642	25	
10	0,675	10,1	0,10	1,23	1,350	7,400	4 556	98	
11	0,670	10	0,09	1,62	3,100	11,000	11 627	14,8	
12	0,657	9,9	0,15	0,51	1,950	4,450	4 288	61	
13						(éprouvette cassée)			
14	0,880	11,1	0,11	1,20	0,850	1,975	1 073	20	
15	0,99	14,8	0,17	0,82	1,280	4,100	2 541	37	
16	0,978	14,7	0,12	0,47	1,400	2,800	2 938	35	
17	1,080	16,2	0,10	0,50	3,700	10,300	12 487	90	
18	1,130	11	0,08	1,42	0,600	4,450	2 531	35	
19	1,00	15	0,16	0,72	0,400	4,100	2 953	37	

- 8 -

5

10

15

20

25

30

TABLEAU III (traction)

Ex.	e	1	AL	P	R	AL
1	0,660	1	0,16	13,4		3,2
2	0,710			(éprouvette cassée)		
3	0,66	0,25	3,2	4,850	5	
4	0,543	0,28	13	23,940	5,6	
5	0,479	0,38	31,3	65,350	7,6	
6	0,680	0,15	24	35,300	3	
7	0,684		(éprouvette cassée)			
8	0,692	0,13	4,150	6,000	2,6	
9	0,683		non valable			
10	0,675	0,29	28	41,500	5,8	
11	0,670	0,14	26	38,800	2,8	
12	0,657	0,19	11,5	17,500	3,8	
13	0,910	0,17	1,650	1,800	3,4	
14	0,880	0,25	5	5,700	5	
15	0,990	0,14	6,150	6,200	2,8	
16	0,978	0,14	10	10,200	2,8	
17	1,080	0,09	13,500	12,500	1,8	
18	1,130	0,25	14,700	13	5	
19	1,000	0,17	39,500	39,500	3,4	

## Revendications

1. Procédé de recyclage de déchets fibreux par moulage avec des résines caractérisé par le fait que des déchets fibreux contenant éventuellement des matières plastiques non fibreuses, subissent un traitement à l'aide d'un broyeur à couteaux de manière à obtenir un produit broyé dont la plus grande dimension est inférieure à 5 mm, et est de préférence de l'ordre de 1 à 2 mm, suivi d'un mélange d'homogénéisation avec au moins une résine phénolique et un catalyseur adéquat ainsi qu'un agent gonflant, après quoi le produit est transféré sur les plateaux d'une presse chauffée au moins à la température d'expansion du produit, qui est maintenue d'abord en fermeture complète, ce qui provoque l'étalement du produit dans la presse et dont les plateaux sont ensuite espacés afin de produire une expansion du produit tout en assurant leur moulage sur toutes leurs faces apparentes.
2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que les déchets utilisés sont constitués par des chutes et lisières de fabrication de revêtements de sols en PVC sur fibres de jute, en fibres de polyamides avec adjonction possible de polyester et/ou de polypropylène ou en fibres de polyamides (avec adjonction possible de polyester et/ou de polypropylène), de latex SBR et d'autres déchets fibreux.
3. Procédé selon la revendication 2 caractérisé en ce que les fibres que ces déchets contiennent sont à majorité de nature textile et notamment de produits aiguilletés ou tuftés.
4. Procédé selon la revendication 2 ou 3 caractérisé en ce que les déchets contiennent aussi bien des matières thermodurcissables que thermoplastiques.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que la réalisation du mélange homogène s'effectue dans un mélangeur lent du type mélangeur LÖDIGE pendant une durée de l'ordre de 10 minutes.

- 10 -

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 caractérisé en ce qu'on ajoute au moins une résine phénolique et un catalyseur correspondant ainsi que l'agent gonflant au cours du mélange d'homogénéisation.

5 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce qu'on utilise comme agent gonflant des hydrocarbures ou des hydrocarbures chlorofluorés présentant un point d'ébullition de l'ordre de 25 à 70°C.

8. Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce 10 que l'on utilise l'hexane comme agent gonflant.

9. Procédé selon la revendication 8 caractérisé en ce que les plateaux de la presse sont chauffés à une température de l'ordre de 160 à 170°C.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 15 1 à 9 caractérisé en ce que les résines phénoliques utilisées sont des résines phénol-formaldéhyde liquides du type Résol.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 caractérisé en ce que le catalyseur utilisé est un catalyseur acide fort.

20 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 caractérisé en ce qu'on applique une pression de moulage jusqu'à ce qu'une valeur de 150 bars ou une durée de 5 secondes soit réalisée, après quoi on relâche la pression.

13. Procédé selon la revendication 12 caractérisé en ce 25 que la presse est maintenue à température à l'état relâché pendant un temps suffisant pour obtenir le temps de cuisson nécessaire à la réalisation d'un produit de propriétés adéquates.

14. Produits obtenus par le procédé d'une quelconque des 30 revendications 1 à 13.