



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2016/02/18
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2016/09/09
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2017/08/18
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 2016/050372
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2016/139401
(30) Priorité/Priority: 2015/03/02 (FR1551723)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C08J 9/02* (2006.01),
C08L 61/20 (2006.01)
(71) Demandeur/Applicant:
SAINT-GOBAIN ISOVER, FR
(72) Inventeur/Inventor:
SAVONNET, MARIE, FR
(74) Agent: GOUDREAU GAGE DUBUC

(54) Titre : MOUSSES THERMODURCIES ET PROCEDE DE FABRICATION A PARTIR DE SUCRES REDUCTEURS ET D'AMINES
(54) Title: THERMOSET FOAMS, AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME FROM REDUCING SUGARS AND AMINES

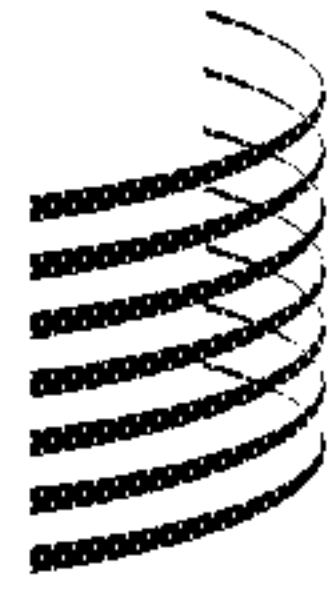
(57) **Abrégé/Abstract:**

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'une mousse solide thermodurcie, comprenant les étapes successives suivantes : (a) mise à disposition d'une composition expansible et thermodurcissable contenant - un premier réactif choisi parmi les sucres réducteurs, - un deuxième réactif choisi parmi les amines primaires, les sels d'addition d'acide d'amines primaires, les amines secondaires, les sels d'addition d'acide d'amines secondaires, les sels d'ammonium de formule R^n- (NH_4^+) $_n$ où n est un nombre entier au moins égal à 1 et R^n- représente le résidu d'un acide organique ou minéral, (b) introduction de la composition expansible et thermodurcissable dans un moule ou application de la composition expansible sur un support en un film d'une épaisseur au moins égale à 1 mm, (c) chauffage de la composition expansible et thermodurcissable à une température au moins égale à 140 °C de manière à faire réagir le premier réactif avec le deuxième réactif et de former, par polymérisation et moussage chimique, un bloc de mousse solide thermodurcie. Elle concerne également des mousses thermodurcies à base de mélanoidines susceptibles d'être fabriquées par ce procédé.



(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
9 septembre 2016 (09.09.2016)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2016/139401 A1

(51) Classification internationale des brevets :
C08J 9/02 (2006.01) C08L 61/20 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2016/050372

(22) Date de dépôt international :
18 février 2016 (18.02.2016)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1551723 2 mars 2015 (02.03.2015) FR

(71) Déposant : SAINT-GOBAIN ISOVER [FR/FR]; 18,
Avenue d'Alsace, 92400 Courbevoie (FR).

(72) Inventeur : SAVONNET, Marie; 14 Passage Ramey,
75018 Paris (FR).

(74) Mandataire : SAINT-GOBAIN RECHERCHE; Dépar-
tement Propriété Industrielle, 39, Quai Lucien Lefranc,
93300 Aubervilliers (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,

AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR,
KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG,
MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,
PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC,
SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN,
TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ,
TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU,
TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU,
LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : THERMOSET FOAMS, AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME FROM REDUCING SUGARS AND AMINES

(54) Titre : MOUSSES THERMODURCIES ET PROCÉDÉ DE FABRICATION À PARTIR DE SUCRES RÉDUCTEURS ET D'AMINES

(57) Abstract : The present invention relates to a method for manufacturing a solid thermoset foam. Said method includes the following consecutive steps: (a) providing an expandable thermosettable composition containing a first reagent, selected from among reducing sugars, and a second reagent selected from among primary amines, primary amine acid addition salts, secondary amines, secondary amine acid addition salts, and ammonium salts having Formula $R^n (NH_4^+)_n$, where n is a whole number greater than or equal to 1, and R^n is the residue of an organic or inorganic acid; (b) placing the expandable thermosettable composition in a mold or applying the expandable composition onto a substrate made of a film having a thickness greater than or equal to 1 mm; and (c) heating the expandable thermosettable composition to a temperature greater than or equal to 140 °C so as to cause the first reagent to react with the second reagent and form, via polymerization and chemical foaming, a block of solid thermoset foam. The invention also relates to thermoset foams made of melanoidins which can be manufactured using said method.

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de fabrication d'une mousse solide thermodurcie, comprenant les étapes successives suivantes : (a) mise à disposition d'une composition expansible et thermodurcissable contenant - un premier réactif choisi parmi les sucres réducteurs, - un deuxième réactif choisi parmi les amines primaires, les sels d'addition d'acide d'amines primaires, les amines secondaires, les sels d'addition d'acide d'amines secondaires, les sels d'ammonium de formule $R^n (NH_4^+)_n$ où n est un nombre entier au moins égal à 1 et R^n représente le résidu d'un acide organique ou minéral, (b) introduction de la composition expansible et thermodurcissable dans un moule ou application de la composition expansible sur un support en un film d'une épaisseur au moins égale à 1 mm, (c) chauffage de la composition expansible et thermodurcissable à une température au moins égale à 140 °C de manière à faire réagir le premier réactif avec le deuxième réactif et de former, par polymérisation et moussage chimique, un bloc de mousse solide thermodurcie. Elle concerne également des mousses thermodurcies à base de mélanoidines susceptibles d'être fabriquées par ce procédé.

WO 2016/139401 A1

**MOUSSES THERMODURCIES ET PROCEDE DE FABRICATION À PARTIR DE
SUCRES REDUCTEURS ET D'AMINES**

La présente invention concerne des mousses solides thermodurcies obtenues par réaction et moussage chimique d'une composition expansible contenant des réactifs de Maillard, à savoir des sucres réducteurs et des amines et sels d'amines.

La fabrication de produits d'isolation à base de laine minérale comprend généralement une étape de fabrication des fibres de verre ou de roche par un procédé de centrifugation. Sur leur trajet entre le dispositif de centrifugation et le tapis de collecte des fibres, on pulvérise sur les fibres encore chaudes une composition aqueuse d'encollage, également appelée liant, qui subit ensuite une réaction de thermodurcissement à des températures d'environ 200 °C.

Les résines phénoliques utilisées pendant plusieurs dizaines d'années en tant que liants ont été remplacées de plus en plus par des produits issus de sources renouvelables et n'émettant pas, ou très peu, de formaldéhyde, composé considéré comme pouvant nuire à la santé humaine.

On connaît ainsi de la demande WO 2007/014236 et de la demande US 2007/0027283 correspondante des compositions d'encollage, ou liants, à base de sucres réducteurs et d'amines ou de sels d'ammonium qui, entre autres par réaction de Maillard, durcissent et lient les fibres de verre sur lesquelles elles sont appliquées.

Les demandes WO 2009/019232 et WO 2009/019235 divulguent, de manière similaire, des liants pour fibres de verre contenant au moins un sucre réducteur et du phosphate, sulfate, nitrate ou carbonate d'ammonium, ces réactifs étant susceptibles de réagir par réaction de Maillard après application sur les fibres de verre directement après formation de celles-ci.

La demande US 2013/0133548 décrit des compositions aqueuses de liant pour fibres minérales à base d'aldéhydes, notamment de glucose, et d'amines. Ce document ne rapporte pas la formation de mousses. Aux exemples 2 – 14 une composition aqueuse contenant du dextrose et de l'hexaméthylènediamine est d'abord séchée à 100 °C, puis durcie par

chauffage à une température de 200 °C. La réaction de Maillard ne se produit pas pendant l'étape de chauffage car la température est insuffisamment élevée et la composition sèche est certainement insuffisamment fluide pour qu'une mousse de forme au cours de l'étape de durcissement. Les polymères obtenus sont décrits comme durs.

La présente invention est basée sur la découverte surprenante que ces compositions d'encollage, lorsqu'on les chauffe sous forme plus concentrée au-delà d'une certaine température (environ 150 °C), au lieu de les pulvériser sur des fibres de verre chaudes, sont fortement moussantes. Un dégagement gazeux se produit en même temps que la réaction complexe de condensation des monomères (réaction de Maillard). La composition liquide de départ, introduite dans un récipient ouvert et exposée à une chaleur suffisante, augmente de volume, s'épaissit et finit par durcir, donnant lieu, au bout de quelques minutes à une mousse rigide de couleur foncée.

Ce moussage se produit en l'absence d'agent de moussage physique autre que l'eau éventuellement présente dans la composition de départ. La présence d'eau dans le mélange des réactifs (sucres réducteurs et amines/sel d'ammonium) n'est cependant pas indispensable au moussage et ne permet pas d'expliquer le phénomène observé. En effet, tant que la composition contient de l'eau liquide sa température n'excède pas environ 100 °C et la réaction de Maillard responsable du durcissement ne peut pas se produire. Autrement dit, lorsque la réaction de Maillard débute, la totalité de l'eau liquide initialement présente s'est évaporée.

Il devait donc se produire un phénomène de moussage chimique. Un ou plusieurs des ingrédients de départ devaient subir une décomposition thermique ou réagir entre eux en libérant un gaz en une quantité suffisante pour la production de mousses.

La présente invention a par conséquent pour objet l'utilisation d'une composition contenant

- un premier réactif choisi parmi les sucres réducteurs,
- un deuxième réactif choisi parmi les amines primaires, les sels d'addition d'acide d'amines primaires, les amines secondaires, les sels

d'addition d'acide d'amines secondaires, les sels d'ammonium de formule R^{n-} $(NH_4^+)_n$ où n est un nombre entier au moins égal à 1 et R^{n-} représente le résidu d'un acide organique ou minéral, en tant que composition expansible et thermodurcissable pour la fabrication d'un produit isolant de type mousse.

Plus particulièrement la présente invention a pour objet un procédé de fabrication d'une mousse solide thermodurcie, utilisable en tant que produit d'isolation thermique, comprenant les étapes successives suivantes :

(a) mise à disposition d'une composition expansible et thermodurcissable contenant

- un premier réactif choisi parmi les sucres réducteurs,
- un deuxième réactif choisi parmi les amines primaires, les sels d'addition d'acide d'amines primaires, les amines secondaires, les sels d'addition d'acide d'amines secondaires, les sels d'ammonium de formule R^{n-} $(NH_4^+)_n$ où n est un nombre entier au moins égal à 1 et R^{n-} représente le résidu d'un acide organique ou minéral,

(b) introduction de la composition expansible et thermodurcissable dans un moule ou application de la composition expansible sur un support en un film d'une épaisseur au moins égale à 1 mm,

(c) chauffage de la composition expansible et thermodurcissable à une température au moins égale à 140 °C de manière à faire réagir le premier réactif avec le deuxième réactif et de former, par polymérisation et moussage chimique, un bloc de mousse solide thermodurcie.

On entend par sucres réducteurs les hydrates de carbone de formule $C_n(H_2O)_p$ présentant au moins un groupe aldéhyde ou cétone (groupe réducteur). Les sucres réducteurs utilisables dans la présente invention englobent les oses (monosaccharides) et les osides (disaccharides, oligosaccharides et polysaccharides).

A titre d'exemples de monosaccharides, on peut citer ceux comportant de 3 à 8 atomes de carbone, de préférence les aldoses et avantageusement les aldoses contenant 5 à 7 atomes de carbone. Les aldoses

particulièrement préférés sont les aldoses naturels (appartenant à la série D), notamment les hexoses tels que le glucose, le mannose et le galactose.

Le lactose ou le maltose sont des exemples de disaccharides utilisables en tant que sucres réducteurs.

On pourra également utiliser de manière avantageuse des hydrolysats d'amidon obtenus par hydrolyse enzymatique ou hydrolyse acide d'amidon. Le degré d'hydrolyse est généralement caractérisé par l'équivalent dextrose (DE), défini par la relation suivante :

$$DE = 100 \times \left(\frac{\text{nombre de liaisons glycosidiques rompues}}{\text{nombre de liaisons glycosidiques dans l'amidon initial}} \right)$$

Les hydrolysats ayant un DE inférieur à 20 moussent relativement peu et on utilisera de préférence les hydrolysats d'amidon présentant un DE supérieur à 20, également appelés sirops de glucose. Les hydrolysats ayant un DE compris entre 50 et 90 sont particulièrement préférés.

De manière générale tout oligomère ou précurseur d'un sucre réducteur susceptible de libérer dans les conditions de la réaction un sucre réducteur est considéré comme étant utilisable en tant que premier réactif dans la présente invention.

Le deuxième réactif peut être une amine primaire de formule R^1NH_2 ou une amine secondaire de formule R^1R^2NH où R^1 et R^2 représentent indépendamment de préférence un résidu alkyle linéaire, cycloalkyle, alcényle, cycloalcényle ou aryle, contenant éventuellement un ou plusieurs hétéroatomes.

On peut citer à titre d'exemples d'amines l'éthylamine, la diéthylamine, la diméthylamine, l'éthylpropylamine, l'aniline, la 1-naphtylamine, la 2-naphtylamine et le para-aminophénol.

Le deuxième réactif peut également être un sel d'addition d'acide d'une telle amine primaire ou secondaire. Les acides utilisés pour la formation d'un tel sel sont par exemple les acides monocarboxyliques ou polycarboxyliques, l'acide sulfurique, l'acide nitrique, les acides organo-sulfoniques tels que le lignosulfonate, et l'acide phosphorique.

Les acides polycarboxyliques sont de préférence des acides dicarboxyliques, tricarboxyliques ou tetracarboxyliques.

Les acides dicarboxyliques englobent, par exemple, l'acide oxalique, l'acide malonique, l'acide succinique, l'acide glutarique, l'acide adipique, l'acide pimélique, l'acide subérique, l'acide azelaïque, l'acide sébacique, l'acide malique, l'acide tartrique, l'acide tartronique, l'acide aspartique, l'acide glutamique, l'acide fumarique, l'acide itaconique, l'acide maléique, l'acide traumatique, l'acide camphorique, l'acide phtalique et ses dérivés, notamment ceux contenant au moins un atome de bore ou de chlore, l'acide tétrahydrophthalique et ses dérivés, notamment ceux contenant au moins un atome de chlore tel que l'acide chlorendique, l'acide isophtalique, l'acide téréphtalique, l'acide mésaconique et l'acide citraconique ;

Les acides tricarboxyliques englobent, par exemple l'acide citrique, l'acide tricarballylique, l'acide 1,2,4-butanetricarboxylique, l'acide aconitique, l'acide hémimellitique, l'acide triméllitique et l'acide trimésique.

On peut citer comme acide tetracarboxylique, par exemple l'acide 1,2,3,4-butanetétracarboxylique et l'acide pyroméllitique.

Parmi les acides carboxyliques on utilisera de préférence l'acide citrique qui se dégrade dans les conditions réactionnelles et libère du H₂O, du CO₂ ainsi qu'un anhydride gazeux réactif.

Enfin, le deuxième réactif peut être un sel d'ammonium de formule



où n est un nombre entier au moins égal à 1 et Rⁿ⁻ représente le résidu d'un acide organique ou minéral. L'acide organique ou minéral est de préférence choisi parmi ceux énumérés ci-dessus.

Les compositions expansibles et thermodurcissables utilisées dans la présente invention pour la formation de mousses solides contiennent généralement de l'eau. Cette eau joue essentiellement le rôle de solvant pour le premier et deuxième réactif et non pas le rôle d'agent de moussage physique, comme expliqué ci-avant.

Etant donné que la composition expansible utilisée dans le procédé de la présente invention n'a pas besoin d'être finement dispersée dans l'air, il

est moins crucial que dans le cas d'un liant pour fibres minérales, de veiller à ce que sa viscosité soit suffisamment faible. Tandis qu'un liant aqueux pour fibres minérales comporte, au moment de la pulvérisation, au moins 90 %, voire 95 % d'eau, les compositions expansibles de la présente invention sont beaucoup plus concentrées et visqueuses.

Elles contiennent avantageusement moins de 50 % en poids d'eau, plus avantageusement moins de 40 % en poids d'eau, en particulier au plus 35 % en poids, de préférence au plus 25 % en poids, plus préférentiellement au plus 15 % en poids et idéalement au plus 5 % en poids d'eau. Plus cette teneur initiale en eau est faible, plus le coût énergétique lié à la nécessaire évaporation de cette eau est réduit.

La teneur en matières sèches de la composition expansible avant chauffage est donc au moins égale à 50 % en poids, en particulier au moins égale à 65 % en poids, de préférence au moins égale à 75 %, plus préférentiellement au moins égale à 85 % en poids et idéalement au moins égale à 95 % en poids.

Les premier et deuxième réactifs représentent au total au moins 70 %, de préférence au moins 80 %, en particulier au moins 90 % du poids sec de la composition expansible.

Le premier réactif représente de préférence de 30 à 95 % en poids, en particulier de 60 à 90 % en poids et le deuxième réactif représente de préférence de 5 à 70 % en poids, de préférence de 10 à 40 % en poids du poids total des premier et deuxième réactifs.

Bien que les premier et deuxième réactifs soient les constituants majoritaires et essentiels de la composition expansible, celle-ci peut contenir un certain nombre d'autres adjuvants et additifs destinés à améliorer les propriétés des mousses thermodurcies finales ou à réduire le coût de production. La quantité totale de ces adjuvants et additifs ne dépasse toutefois de préférence pas 30 % du poids sec de la composition expansible.

Ainsi, la composition expansible peut contenir par exemple un ou plusieurs agents tensioactifs destinés à réduire la dimension moyenne et la dispersion des tailles des pores de la mousse finale ou à faciliter

l'incorporation d'une charge. La composition expansible contient avantageusement de 1 à 15 % en poids, de préférence de 2 à 10 % en poids, rapportés au poids sec de la composition expansible totale, d'un ou plusieurs agents tensioactifs.

La composition expansible utilisée dans la présente invention peut contenir en outre jusqu'à 20 % en poids, de préférence jusqu'à 10 % en poids, rapportés au poids sec de la composition expansible totale, d'une ou plusieurs charges minérales ou organiques.

Enfin, la composition expansible peut contenir un ou plusieurs autres additifs utilisés classiquement dans l'industrie de la mise en œuvre et transformation des polymères tels que des colorants, pigments, agents antibactériens ou anti-fongiques, agents ignifugeants, absorbeurs UV, agents hydrophobes. Ces additifs représentent au total de préférence au plus 10 % du poids sec de la composition.

La composition expansible est de préférence essentiellement exempte d'agent d'expansion physique organique.

Son pH est généralement compris entre 5 et 9.

Dans le procédé de la présente invention des compositions réactives, connues en tant que telles sous forme très diluée, sont donc utilisées de manière totalement différente de celle décrite dans les documents de l'état de la technique mentionnés en introduction. Elles ne sont pas pulvérisées sous forme de fines gouttelettes sur des fibres minérales chaudes en vue de la formation d'un matelas de fibres collées entre elles, mais restent sous forme compacte, non dispersée. Leur teneur en matières sèches est considérablement plus élevée que celle des compositions de l'état de la technique. Il faudra toutefois veiller à ce que le procédé selon l'invention soit mené de manière à ce que la viscosité des compositions expansibles et thermodurcissables reste suffisamment faible au moment du chauffage à 140 °C pour qu'une mousse puisse se former avant durcissement complet de la composition.

Lorsque la composition expansible est étalée sous forme d'un film continu sur un support, l'épaisseur du film, avant chauffage, c'est-à-dire

avant expansion et durcissement, est de préférence au moins égale à 2 mm, en particulier au moins égale à 5 mm, et plus préférentiellement au moins égale à 10 mm.

Le volume du bloc de mousse formé peut varier entre de très larges limites. Lorsque la composition expansible est utilisée dans un procédé continu formant par exemple des bandes ou profilés de matériaux isolants, il est potentiellement infini. Lorsque la composition expansible est utilisée pour former des blocs discrets, par exemple des plaques ou feuilles de mousses, sa quantité est de préférence telle que le volume de chaque bloc de mousse solide thermodurcie soit au moins égal à 500 cm³, de préférence au moins égal à 0,001 m³, en particulier au moins égal à 0,01 m³.

Le bloc de mousse se présente de préférence sous forme d'une plaque.

Pour faire réagir les premier et deuxième réactifs il est nécessaire de chauffer la composition expansible à une température d'au moins 140 °C. Il est en effet connu que la réaction de Maillard entre un sucre réducteur et une amine ne se déroule qu'au-delà de cette température. La température réactionnelle sera de préférence comprise entre 150 °C et 180 °C. Cette température est, bien entendu, celle mesurée au cœur du mélange réactionnel.

Pour chauffer la composition expansible à l'étape (c) on pourra utiliser en principe n'importe quel moyen usuel connu dans le domaine de la mise en œuvre et transformation des polymères, tels que l'air chaud, le rayonnement thermique, les micro-ondes ou la mise en contact avec un support chaud (moule).

Bien entendu, la température du moyen de chauffage (étuve, support, moule) pourra être supérieure à la température réactionnelle mentionnée ci-dessus, par exemple comprise entre 160 et 210 °C.

La présente invention a également pour objet une mousse solide susceptible d'être obtenue par le procédé objet de la présente invention. Cette mousse est à base de mélanoidines, les produits réactionnels

complexes de la réaction de Maillard et peut contenir jusqu'à environ 25 % en poids d'autres composants, notamment de charges minérales. Il est important de noter que la teneur en ces autres composants, notamment en charges minérales, de la mousse durcie peut être supérieure celle de la composition expansible et thermodurcissable de départ. En effet la réaction de Maillard entre les premier et deuxième réactifs s'accompagne d'une libération de produits gazeux tels que CO_2 , NH_3 , SH_2 , SO_2 et la fraction de mélanoïdines dans la mousse finale est donc inférieure à la fraction, en poids sec, des premier et deuxième réactifs de la composition initiale.

Les mousses solides préparées par le procédé de l'invention sont d'une couleur marron foncé à noire. Leur masse volumique est comprise entre 30 et 60 kg/m^3 .

Elles présentent une porosité fermée avec un diamètre moyen des pores, déterminé par tomographie à rayons X, compris entre 100 et 800 nm.

Exemples

On prépare plusieurs compositions expansibles thermodurcissables en ajoutant une solution aqueuse du deuxième réactif à une poudre du premier réactif. On agite le mélange à température ambiante jusqu'à dissolution de la poudre. Le Tableau 1 indique les quantités respectives des premier et deuxième réactifs, exprimées en matières sèches, ainsi que l'extrait sec total des compositions obtenues.

Chacune des compositions est introduite dans une coupelle en aluminium à fond plat (5 cm de diamètre) en un film ayant une épaisseur d'environ 1 mm. Les coupelles sont introduites dans une étuve chauffée à 200 °C. Au bout de 20 minutes, on les retire, on les laisse refroidir à température ambiante et l'on observe l'épaisseur de la mousse formée :

Tableau 1

Réactif 1	Réactif 2	Extrait sec	Epaisseur de la mousse
32,5 parts de D-glucose monohydrate	67,5 parts de citrate d'ammonium	63 %	+++
85 parts de D-glucose monohydrate	15 parts de sulfate d'ammonium	75 %	+++++
85 parts de maltodextrine (DE = 3 – 20)	15 parts de sulfate d'ammonium	61%	+
85 parts de D-glucose monohydrate	15 parts de carbonate d'ammonium	75 %	+++

- : moins de 0,5 cm

+ : 0,5 à 1 cm

++ : 1,1 à 2 cm

+++ : 2,1 à 3 cm

++++ : 3,1 à 4 cm

+++++ : plus de 4 cm

A titre de comparaison, on prépare une série de compositions identiques à celles du Tableau 1 à ceci près que le premier réactif (sucre réducteur) est remplacé par un polyol ne comportant pas de groupe réducteur. On les fait cuire pendant 20 minutes dans une étuve à 200 °C. Les résultats observés sont consignés dans le tableau 2.

Tableau 2

Polyglycérol	Réactif 2	Extrait sec	Mousse	aspect
32,5 parties	67,5 parties de citrate d'ammonium	63 %	-	Croûte noire
85 parties	15 parties de sulfate d'ammonium	75 %	-	Film transparent de couleur beige
85 parties	15 parties de carbonate d'ammonium	75 %	-	Transparent incolore

Seul l'échantillon contenant du citrate d'ammonium semble avoir réagi. Sa couleur a changé et sa consistance est dure, mais on n'observe pas de formation de mousse.

Pour les deux autres échantillons contenant, en tant que deuxième réactif, du sulfate d'ammonium et du carbonate d'ammonium, la couleur du mélange réactionnel n'a presque pas changé. On observe un film transparent très légèrement coloré, mais aucune formation de mousse.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'une mousse solide thermodurcie, comprenant les étapes successives suivantes :

(a) mise à disposition d'une composition expansible et thermodurcissable contenant

- un premier réactif choisi parmi les sucres réducteurs,

- un deuxième réactif choisi parmi les amines primaires, les sels d'addition d'acide d'amines primaires, les amines secondaires, les sels d'addition d'acide d'amines secondaires, les sels d'ammonium de formule $R^{n-} (NH_4^+)_n$ où n est un nombre entier au moins égal à 1 et R^{n-} représente le résidu d'un acide organique ou minéral,

la composition expansible et thermodurcissable contenant moins de 50 % en poids d'eau,

(b) introduction de la composition expansible et thermodurcissable dans un moule ou application de la composition expansible sur un support en un film d'une épaisseur au moins égale à 1 mm,

(c) chauffage de la composition expansible et thermodurcissable à une température au moins égale à 140 °C de manière à faire réagir le premier réactif avec le deuxième réactif et de former, par polymérisation et moussage chimique, un bloc de mousse solide thermodurcie.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la quantité de composition expansible et thermodurcissable est telle que le volume du bloc de mousse solide thermodurcie obtenu soit au moins égal à 500 cm³, de préférence au moins égal à 0,001 m³, en particulier au moins égal à 0,01 m³.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé par le fait que l'épaisseur du film est au moins égale à 2 mm, de préférence au moins égale à 5 mm, en particulier au moins égale à 10 mm.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que le bloc de mousse solide thermodurcie est une plaque.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la composition expansible contient au plus 35 % en poids, de préférence au plus 25 % en poids, plus préférentiellement au plus 15 % en poids et en particulier au plus 5 % en poids d'eau.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que les premier et deuxième réactifs représentent au total au moins 70 %, de préférence au moins 80 %, en particulier au moins 90 % du poids sec de la composition expansible.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que le premier réactif est choisi parmi le glucose et les hydrolysats d'amidon, de préférence les hydrolysats d'amidon ayant un équivalent dextrose (DE) supérieur à 20, en particulier compris entre 50 et 90.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la composition expansible contient en outre un ou plusieurs agents tensioactifs.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la composition expansible contient en outre jusqu'à 20 % en poids, de préférence jusqu'à 10 % en poids, rapportés au poids sec de la composition expansible totale, d'une ou plusieurs charges minérales ou organiques.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait le premier réactif représente de 30 à 95 % en poids et que le deuxième réactif représente de 5 à 70 % en poids du poids total des premier et deuxième réactifs.

11. Mousse solide susceptible d'être obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes.

12. Mousse solide selon la revendication 11, caractérisée par le fait qu'elle présente une masse volumique comprise entre 30 et 60 kg/m³

13. Mousse solide selon la revendication 11 ou 12, caractérisée par le fait qu'elle présente une porosité fermée.

14. Mousse solide selon l'une des revendications 11 à 13, caractérisée par le fait que le diamètre moyen des pores déterminé par tomographie à rayons X est compris entre 100 et 800 nm.

15. Utilisation d'une composition contenant

- un premier réactif choisi parmi les sucres réducteurs,

- un deuxième réactif choisi parmi les amines primaires, les sels d'addition d'acide d'amines primaires, les amines secondaires, les sels d'addition d'acide d'amines secondaires, les sels d'ammonium de formule $R^{n-}(NH_4^+)_n$ où n est un nombre entier au moins égal à 1 et R^{n-} représente le résidu d'un acide organique ou minéral,

en tant que composition expansible et thermodurcissable pour la fabrication d'un produit isolant de type mousse.