



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:  
**29.03.2000 Bulletin 2000/13**

(51) Int Cl.7: **D21B 1/00**

(21) Numéro de dépôt: **99402274.7**

(22) Date de dépôt: **16.09.1999**

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE**  
Etats d'extension désignés:  
**AL LT LV MK RO SI**

- **Peyrat, Eric**  
**31300 Toulouse (FR)**
- **Pluquet, Vincent**  
**65700 Madiran (FR)**
- **Gaset, Antoine**  
**31000 Toulouse (FR)**

(30) Priorité: **24.09.1998 FR 9811966**

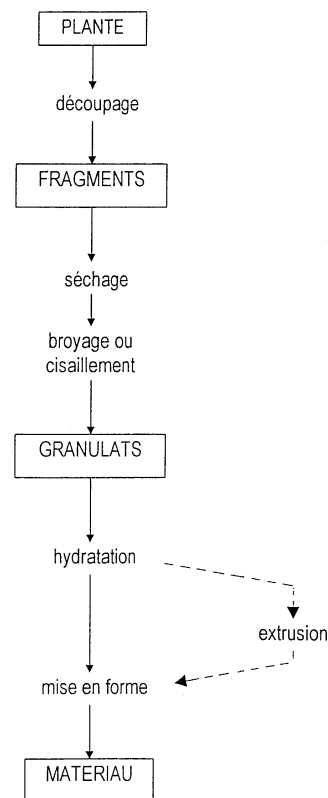
(74) Mandataire: **Phélip, Bruno et al**  
**c/o Cabinet Harlé & Phélip**  
**7, rue de Madrid**  
**75008 Paris (FR)**

(71) Demandeur: **Societe Cooperative Agricole  
Vivadour**  
**32400 Riscle (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **Rigal, Luc**  
**31240 Saint-Jean (FR)**

(54) **Matériau à base de matière végétale issue de plantes céréalières et procédé d'obtention**

(57) Ce matériau peut être préparé par un procédé comprenant le découpage en fragments des parties aériennes de la plante, le broyage ou le cisaillement des fragments jusqu'à l'obtention de granulats, l'ajustement de la teneur en eau des granulats et la mise en forme du matériau.



FIGURE

## Description

**[0001]** La présente invention est relative à un matériau à base de matière végétale issue de l'ensemble des parties aériennes de plantes céréalières ou de fractions substantielles de celles-ci.

**[0002]** Elle est en outre relative à un procédé de préparation d'un tel matériau.

**[0003]** On a assisté ces dernières années à un développement considérable des biomatériaux, principalement pour des raisons écologiques.

**[0004]** De manière générale, ces matériaux sont soit des matériaux reconstitués à partir de produits isolés d'origine végétale, soit des produits isolés d'origine végétale, mélangés à des matériaux d'origine synthétique, tels que des polymères. Un produit commercialisé constitué par l'association d'un biopolymère de synthèse et d'amidon de blé, de maïs ou de pomme de terre, est un exemple de matériau rentrant dans cette dernière catégorie. Divers polymères peuvent être associés à l'amidon, tels que le polychlorure de vinyle, le polyéthylène ou encore l'alcool polyvinylique.

**[0005]** Dans la première catégorie on connaît des matériaux obtenus par association de l'amidon avec des fibres végétales.

**[0006]** Cependant, ces produits présentent des propriétés mécaniques limitées et sont souvent sensibles à l'eau.

**[0007]** Le brevet US-5 683 772, décrit des compositions, pouvant être utilisées comme matériau d'emballage, contenant un liant à base d'amidon, une charge inorganique, ainsi que des fibres dispersées de manière uniforme dans la matrice constituée d'amidon. Ces fibres peuvent inclure des fibres cellulosiques, et peuvent être obtenues à partir de feuilles, de tiges, ou d'autres parties de la plante.

**[0008]** Néanmoins, ces fibres, et l'amidon, doivent être obligatoirement isolés, ce qui augmente considérablement les coûts de fabrication.

**[0009]** La demande WO 95/04 111 décrit des articles constitués d'un matériau contenant des particules de bois imprégnées de résine acide et un liant, qui peut être de l'amidon et/ou des protéines. Dans ce matériau les particules de bois doivent être nécessairement imprégnées de résines et d'huiles ou de graisses végétales.

**[0010]** Le brevet US 5.160.368 a pour objet un procédé de fabrication d'emballages comprenant l'obtention d'une pâte par chauffage d'une farine, d'une plante graminée. Cette pâte est mélangée avec du foin écrasé.

**[0011]** Ce procédé nécessite obligatoirement l'obtention d'une farine d'une plante graminée, puis sa cuisson, avant d'être mélangée avec du foin. Il n'y a donc pas mélange direct des grains et du foin.

**[0012]** Il ressort donc de l'état de la technique que l'on ne connaissait pas de procédé permettant d'obtenir des matériaux présentant une cohésion, à partir de matières végétales brutes, c'est-à-dire à partir de matières végétales n'ayant pas fait l'objet de séparation, ou d'isolement de leurs divers constituants.

**[0013]** L'un des problèmes qui se posait à l'homme du métier résidait dans l'hétérogénéité des composants à l'intérieur d'un même tissu végétal, et a fortiori entre deux tissus différents. En effet, dans une plante entière de type céréalière, les fibres sont de natures très différentes selon les parties de la plante, tant par leur composition que par leur forme. Ainsi, les fibres de paille de blé ou de la partie externe des tiges et feuilles de maïs sont des fibres longues, riches en cellulose (40-45% de matière sèche), relativement ligneuses (15% de la matière sèche), le restant étant constitué d'hémicelluloses, de structure type xylanique. Les fibres de son de maïs ou de son de blé (enveloppe de graine) sont très différentes, puisque courtes, élastiques, beaucoup plus riches en hémicelluloses (jusqu'à 60% de la matière sèche des fibres contre 15% de cellulose et 8% de lignine). Par ailleurs, ces hémicelluloses sont de type arabinoxylane, nettement plus substituées que les xylanes de la tige, et possèdent des propriétés épaississantes et gélifiantes en solution dans l'eau, voire des propriétés filmogènes. Les fibres de la partie externe de la rafle de maïs (partie dure) sont très différentes de celles de la partie interne ou centrale (partie tendre ou moelle). Les premières sont très dures, proportionnellement riches en cellulose (47%) et en lignine (7%) et moins en hémicelluloses (37%), alors que les secondes sont tendres, moelleuses, proportionnellement moins riches en cellulose (35%) et en lignine (5%). Le pouvoir absorbant d'eau des fibres tendres est sept fois supérieur à celui des fibres dures.

**[0014]** La demanderesse a résolu le problème de l'hétérogénéité des composants en traitant dans des conditions spécifiques la plante entière.

**[0015]** La présente invention a donc pour objet un procédé de préparation d'un matériau à base de matière végétale issue d'au moins une plante céréalière entière comprenant les étapes suivantes:

- a) découpage en fragments de l'ensemble des parties aériennes de la plante, ou d'une fraction substantielle de celles-ci,
- b) broyage, ou cisaillement, des fragments jusqu'à l'obtention de granulats présentant une taille moyenne comprise entre environ 0,01 et 10 mm,
- c) ajustement de la teneur en eau des granulats jusqu'à atteindre un taux d'hydratation global compris entre 10 et 35%, et
- d) mise en forme du matériau.

**[0016]** Si le taux d'humidité résiduelle des fragments obtenus à l'issue de l'étape a) est trop important, lesdits fragments peuvent être séchés jusqu'à atteindre une humidité résiduelle comprise entre environ 5 et 20%. Un tel traitement peut se révéler nécessaire en particulier dans le cas où la matière végétale est du maïs.

**[0017]** On entend, en particulier, par partie aérienne de la plante, les tiges, feuilles, rafles, grains, spathes, mais aussi toute autre partie aérienne pouvant exister, en fonction des espèces et variétés végétales.

**[0018]** La matière végétale doit être issue d'au moins une plante céréalière. Elle peut néanmoins aussi comprendre de la matière issue d'une ou plusieurs plantes non-céréalières.

**[0019]** Le découpage des parties non aériennes de la plante n'est pas particulièrement souhaité dans le cadre de ce procédé, mais la présence de faibles quantités de ces parties non aériennes, ne remet pas en cause la mise en oeuvre de ce procédé.

**[0020]** Les plantes céréalières pouvant être utilisées pour la mise en oeuvre de ce procédé, peuvent être toutes plantes céréalières dont les grains contiennent une quantité suffisante d'amidon, de préférence au moins 20% d'amidon en poids de la plante entière. En particulier elles peuvent être le maïs, le blé dur, le blé tendre, le sorgho, l'avoine, le seigle et le riz.

**[0021]** L'un des avantages du présent procédé réside dans le fait qu'il n'est pas nécessaire de procéder à la séparation des différentes parties de la plante, par exemple la séparation des feuilles et de la tige, afin de le mettre en oeuvre. Ainsi, l'étape de découpage en fragments des parties aériennes peut être effectuée directement au moment de la récolte de la plante, dans le champ.

**[0022]** L'invention peut néanmoins être mise en oeuvre en utilisant soit l'ensemble des parties aériennes de la plante préalablement isolées, soit une fraction substantielle de ces parties aériennes isolées. On entend par fraction substantielle au moins 80% en poids des parties aériennes de la plante. Elle peut aussi être mise en oeuvre en utilisant des parties aériennes de plantes appartenant à des variétés, ou des espèces différentes.

**[0023]** A titre d'illustration, il est possible de mettre en oeuvre le procédé selon la présente invention en utilisant, à titre de parties aériennes, de la paille de blé et des grains de blé.

**[0024]** En outre, de faibles quantités d'additifs peuvent être ajoutées à l'une quelconque des étapes du procédé, si nécessaire.

**[0025]** De manière avantageuse, les parties aériennes de la plante sont découpées en fragments présentant une longueur moyenne comprise entre environ 0,5 et 10 cm, et encore plus préférentiellement entre 2 et 8 cm.

**[0026]** Ce découpage peut être effectué par toute méthode connue de l'homme du métier aboutissant à des fragments de cette taille.

**[0027]** Selon un mode de mise en oeuvre préférentiel de l'invention, les fragments sont séchés dans l'étape b) jusqu'à atteindre une humidité résiduelle comprise entre environ 7 et 13%.

**[0028]** Cette étape est avantageusement mise en oeuvre à l'aide d'un sécheur rotatif, par exemple à une température de 950°C durant quelques minutes. Néanmoins, cette étape peut aussi être effectuée par tout autre procédé de séchage connu de l'homme du métier.

**[0029]** L'étape b) de broyage ou de cisaillement est mise en oeuvre préférentiellement jusqu'à l'obtention de granulats présentant une longueur moyenne comprise entre environ 0,5 et 1 mm. Dans le cas du maïs, une fraction de la partie dure de la rafle, inférieure à environ 10% en poids de la plante entière, peut être éliminée.

**[0030]** La taille des granulats est mesurée par passage des granulats à travers des tamis présentant des mailles de diamètres décroissants. A titre d'exemple, des granulats présentant une taille comprise entre 0,5 et 1 mm passent au travers des mailles de 1mm de diamètre mais ne passent pas à travers des mailles ayant un diamètre de 0,5 mm.

**[0031]** La répartition des granulats obtenus à l'issue de cette étape est avantageusement la suivante:

- entre environ 5 et 50% en poids de la matière sèche de granulats ayant une taille inférieure à environ 0,25 mm,
- entre environ 5 et 40% en poids de la matière sèche de granulats ayant une taille comprise entre environ 0,25 et 0,5 mm,
- entre environ 15 et 60% en poids de la matière sèche de granulats ayant une taille comprise entre environ 0,5 et 1 mm.
- entre environ 1 et 10% en poids de la matière sèche de granulats ayant une taille comprise entre environ 1 et 1,25 mm,
- entre environ 0,5 et 7% en poids de la matière sèche de granulats ayant une taille comprise entre environ 1,25 et 1,4,
- entre environ 1 et 10% en poids de la matière sèche de granulats ayant une taille comprise entre environ 1,4 et 1,7 mm,
- entre environ 0,1 et 10% en poids de la matière sèche de granulats ayant une taille comprise entre environ 1,7 et 2,36 mm, et
- entre environ 0 et 10% en poids de la matière sèche de granulats ayant une taille supérieure à environ 2,36 mm.

**[0032]** L'étape b) de broyage ou de cisaillement est préférentiellement mise en oeuvre à l'aide d'un broyeur à marteau équipé de grilles présentant des diamètres de maille adaptés.

**[0033]** Elle peut être néanmoins mise en oeuvre à l'aide de tout autre dispositif connu de l'homme du métier et aboutissant à des résultats équivalents.

5 **[0034]** Les granulats issus de l'étape b) de broyage ou de cisaillement peuvent être mis immédiatement en forme, par toute méthode connue de l'homme du métier mettant en oeuvre le garnissage d'un moule et le formage de la pièce sous l'effet de la température et de la pression, en particulier par moulage dans une presse à injecter.

10 **[0035]** Ces granulats peuvent néanmoins, après broyage ou cisaillement et ajustement de la teneur en eau, être préalablement à l'étape de mise en forme, soumis à une étape d'extrusion, afin de diminuer le rapport volume/masse des granulats.

**[0036]** Cette étape d'extrusion est avantageusement mise en oeuvre dans un extrudeur bi-vis, dont les profils de vis et de température sont adaptés par l'homme du métier, en fonction des granulats à traiter, et du résultat souhaité. Les granulats issus de cette étape d'extrusion peuvent alors être mis en forme, comme indiqué précédemment, dans une presse à injecter.

15 **[0037]** Les produits finaux, ainsi que les produits intermédiaires de ce procédé constituent d'autres objets de la présente invention.

**[0038]** Ainsi, la présente invention est relative à un granulat de matière végétale présentant la répartition granulométrique suivante, les pourcentages étant exprimés en poids par rapport à la matière sèche.

- 20 - entre environ 5 et 50% de granulats ayant une taille supérieure à 0,25 mm,  
- entre environ 5 et 40% de granulats ayant une taille comprise entre environ 0,25 et 0,5 mm,  
- entre environ 15 et 60% de granulats ayant une taille comprise entre environ 0,5 et 1 mm.  
- entre environ 1 et 10% de granulats ayant une taille comprise entre environ 1 et 1,25 mm,  
- entre environ 0,5 et 7% de granulats ayant une taille comprise entre environ 1,25 et 1,4,  
25 - entre environ 1 et 10% de granulats ayant une taille comprise entre environ 1,4 et 1,7 mm,  
- entre environ 1 et 10% de granulats ayant une taille comprise entre environ 1,7 et 2,36 mm, et  
- entre environ 1 et 10% de granulats ayant une taille supérieure à environ 2,36 mm.

30 **[0039]** De manière avantageuse, de tels granulats présentent les pourcentages étant exprimés en poids par rapport à la matière sèche:

- 35 - entre environ 20% et 60% d'amidon,  
- entre environ 3 et 20% de protéines,  
- entre environ 15 et 60% de cellulose, d'hémicellulose, et de lignine,  
- entre environ 1 et 15% de lipides et ,  
- entre environ 0,01 et 10% de sucres.

40 **[0040]** Ces granulats, ayant éventuellement subi une extrusion, présentent un comportement comparable à celui d'un matériau thermoplastique, c'est-à-dire que sous l'effet de la température, ils peuvent passer d'une phase solide à une phase pâteuse fondue, et de ce fait être injectés dans un moule puis se solidifier au cours du refroidissement. La fusion de ces granulats peut être obtenue dans une vis de plastification du même type que celles mises en oeuvre pour les matières plastiques synthétiques, comme le polyéthylène, le polypropylène et le polystyrène.

45 **[0041]** Les produits finaux, c'est-à-dire après mise en forme, sont donc constitués des granules solidarisés par fusion des matériaux fusibles contenus dans les parties aériennes des plantes. Ces matériaux présentent des propriétés tant physicochimiques que mécaniques les distinguant de ceux déjà décrits dans l'état de la technique.

**[0042]** En outre, ces produits finaux sont biodégradables, écocompatibles, et recyclables par compostage ou par combustion.

50 **[0043]** La présente invention a encore pour objet un matériau à base de matière végétale présentant une résistance à la traction, mesurée selon la norme internationale ISO 527, d'au moins 10 N/mm<sup>2</sup>, et préférentiellement d'au moins 15 N/mm<sup>2</sup>, et un module de traction d'au moins 1500 N/mm<sup>2</sup>.

**[0044]** Des matériaux selon la présente invention peuvent présenter une résistance à la flexion, mesurée comme décrit dans la norme NF EN 310, d'au moins 20N/mm<sup>2</sup> et préférentiellement d'au moins 25 N/mm<sup>2</sup> et un module de flexion d'au moins 1500 N/mm<sup>2</sup>.

55 **[0045]** De tels matériaux présentent la composition suivante, les pourcentages étant exprimés en poids de la matière sèche,

- entre environ 20% et 60% d'amidon,  
- entre environ 3 et 20% de protéines,

## EP 0 989 228 A1

- entre environ 15 et 60% de cellulose, d'hémicellulose, et de lignine,
- entre environ 1 et 15% de lipides et ,
- entre environ 0,01 et 10% de sucres.

5 [0046] Ils peuvent être utilisés comme emballage, ou pour la fabrication de dispositifs de calage ou encore pour la fabrication de garnitures de bord de véhicules automobiles. Ils peuvent présenter des formes creuses ou pleines, ou encore être profilés. Ces matériaux présentent des propriétés d'ouvrabilité, en ce que ils sont sciabes, clouables, perçables et usinables au tour. En outre, leur surface est lisse, non friable, et dépourvue de poussière. Ces matériaux sont collables et compatibles avec les traitements de surface. Ils présentent en particulier une bonne compatibilité avec les vernis et les peintures.

10 [0047] La présente invention est illustrée sans pour autant être limitée par les exemples qui suivent.

[0048] La figure illustre schématiquement les étapes du procédé objet de la présente invention.

### EXEMPLE 1

15

#### Fabrication de produits selon l'invention à partir de maïs, sans extrusion.

[0049] Des plantes entières de maïs de variété Cécilia, ont été récoltées au champ au mois d'octobre, puis ont été découpées grossièrement (de 1 à 5 cm). La composition de la matière végétale ainsi obtenue est la suivante:

20

Cellulose	Hémi-cellulose	Lignines	Lipides	Protéines	Amidon	Sucres	Cendres	Humidité
17,2	18,6	1,4	2,7	6,5	36,1	5,9	2,6	10

25 (% massique de la matière sèche)

[0050] La matière est séchée dans un sécheur rotatif (déshydrateur: température de l'air en entrée du sécheur: 950°C, temps de séjour: 3 à 8 min.) jusqu'à une humidité résiduelle de 7 à 13%. Elle est ensuite broyée dans un broyeur à marteau équipé de deux grilles de 4 et 6 mm de diamètre de maille.

30

[0051] La répartition granulométrique obtenue est la suivante (4,3 % > 2,36mm; 5,1% entre 2,36 et 1,7 mm; 4,3% entre 1,7 et 1,4mm; 3% entre 1,4 et 1,25 mm; 5,5% entre 1,25 et 1 mm; 31,9% entre 1 et 0,5 mm; 22,2% entre 0,5 et 0,25 mm et 23,6% inférieur à 0,25 mm).

35

[0052] La matière broyée et séchée est mélangée avec de l'eau dans un malaxeur planétaire de façon à obtenir un mélange homogène à un taux d'hydratation global (Masse d'eau/Masse totale de matière humide) de 20%. Le mélange ainsi obtenu est mis en forme dans une presse à injecter (température de la chambre d'injection 150°C, température du moule 40°C, pression limite 70 bars, durée de cycle 35 s).

[0053] L'objet mis en forme présente:

40

- une résistance mécanique en traction caractérisée par un module d'élasticité de  $2\,365 \pm 340$  N/mm<sup>2</sup> et une force maximale à la rupture de 13N/mm<sup>2</sup>, pour une vitesse de déplacement des mors de 5 mm/min.,
- et une résistance mécanique en flexion caractérisée par un module d'élasticité de  $2511 \pm 230$  N/mm<sup>2</sup> et une force maximale à la rupture de  $26 \pm 3,6$  N/mm<sup>2</sup> pour une vitesse de déplacement de 0,1 mm/s.

45

[0054] Le test de résistance mécanique à la traction est réalisé selon la norme internationale ISO 527. Les éprouvettes utilisées sont de type 1A et la vitesse de déplacement des mors est de 5 mm/min. (essai de traction ISO 527/1A/5).

[0055] Le test de résistance mécanique à la flexion est un test trois points comme décrit dans la norme NF EN 310. Il est réalisé sur des éprouvettes de forme rectangulaire ayant les dimensions suivantes: longueur 60 mm, largeur 10 mm, épaisseur 4 mm. La vitesse de déplacement du couteau cylindrique est de 6 mm/min. La distance entre les appuis est de 50 mm.

50

[0056] Ces tests sont utilisés à l'identique dans les exemples 2 à 4.

### EXEMPLE 2:

#### Fabrication de produits selon l'invention à partir de maïs, avec extrusion.

55

[0057] L'exemple 1 est répété jusqu'à l'étape de broyage puis la matière est extrudée dans un extrudeur bi-vis CLEX-TRAL, découpé en sept zones.

[0058] Le profil de vis et le profil de température sont les suivants:

## EP 0 989 228 A1

Zone	Zone 1		Zone 2		Zone 3		Zone 4		Zone 5		Zone 6		Zone 7	
Type de vis	T2F		C2F		C2F		Mal2	C2F	C2F		C2F	CFC2	C2F	
Pas de vis	60	60	33	33	25	25	10x10	33	33	33	25	-25	25	33
Température	14°C		14°C		15°C		17°C		15°C		29°C		24°C	
vis T2F : éléments de convoyage à gorge trapézoïdale, vis C2F : éléments de convoyage à gorge en U, vis Mal2: éléments de mélange (bilobes), vis CFC2 : contre-filets.														

**[0059]** Le pas correspondant aux vis est indiqué en mm sous chaque élément. Un élément mesure 50 mm ou 100 mm.

**[0060]** La teneur en eau de la matière est fixée à 20% par introduction d'eau en zone 2 de l'extrudeur. Le débit de matière sèche est de 27,9 kg/h, la vitesse des vis est de 210 tr/min. L'extrusion se fait sans plaque de tête (pas de filière), le temps de séjour moyen est de 40 secondes.

**[0061]** L'extrudat obtenu a une humidité résiduelle de 19%. Il est mis en forme dans une presse à injecter (température de la chambre d'injection 150°C, température du moule 40°C, pression limite d'injection 40 bars, durée du cycle 35 secondes).

**[0062]** L'objet mis en forme présente:

- une résistance mécanique en traction caractérisée par un module d'élasticité de  $2780 \pm 360$  N/mm<sup>2</sup> et une force maximale à la rupture de  $16,52 \pm 2,7$  N/mm<sup>2</sup> pour une vitesse de déplacement des mors de 5 mm/min,
- et une résistance mécanique en flexion caractérisée par un module d'élasticité de  $2830 \pm 215$  N/mm<sup>2</sup> et une force maximale à la rupture de 35,2 N/mm<sup>2</sup> pour une vitesse de déplacement de 0,1 mm/s.

### EXEMPLE 3:

#### Fabrication de produits selon l'invention à partir de maïs, avec broyage dans un broyeur équipé d'une grille de 2 mm de diamètre de maille.

**[0063]** La matière première est le maïs plante entière de variété Cécilia (les conditions de récolte et la composition sont décrites dans l'exemple 1).

**[0064]** La matière est séchée dans un sécheur rotatif (déshydrateur: température de l'air en entrée: 950°C, temps de séjour : 3 à 8 min.), jusqu'à une humidité résiduelle de 7 à 13%. Elle est ensuite broyée dans un broyeur à marteau équipé d'une grille de 2 mm de diamètre de maille.

**[0065]** La répartition granulométrique obtenue est la suivante (0% > 2,36 mm; 0,6% entre 2,36 et 1,7 mm; 1,3% entre 1,7 et 1,4 mm; 1,6% entre 1,4 et 1,25 mm; 3,5% entre 1,25 et 1 mm; 27,8% entre 1 et 0,5 mm; 27,5% entre 0,5 et 0,25mm et 37,7% inférieur à 0,25 mm).

**[0066]** La matière est extrudée dans un extrudeur bi-vis CLEXTRAL. Le profil de vis et le profil de température sont les suivants:

Zone	Zone 1		Zone 2		Zone 3		Zone 4		Zone 5		Zone 6		Zone 7	
Type de vis	T2F		C2F		C2F		Mal2	C2F	C2F		C2F	CFC2	C2F	
Pas de vis	60	60	33	33	25	25	10x10	33	33	33	25	-25	25	33
Température	30°C		33°C		65°C		98°C		100°C		100°C		98°C	

**[0067]** La teneur en eau de la matière est fixée à 25% par introduction d'eau en zone 2 de l'extrudeur. Le débit de matière sèche est de 28,3 kg/h, la vitesse des vis est de 210 tr/min. L'extrusion se fait sans plaque de tête (pas de filière), le temps de séjour moyen est de 50 secondes.

**[0068]** L'extrudat obtenu a une humidité résiduelle de 17,4% . Il est mis en forme dans une presse à injecter (température de la chambre d'injection 135°C, température du moule 40°C, pression limite d'injection 150 bars, durée du cycle 15 secondes).

**[0069]** L'objet mis en forme présente:

- une résistance mécanique en traction caractérisée par un module d'élasticité de  $3152 \pm 412$  N/mm<sup>2</sup> et une force

## EP 0 989 228 A1

maximale à la rupture de  $25,8 \pm 3,2$  N/mm<sup>2</sup> pour une vitesse de déplacement des mors de 5 mm/min.,

- et une résistance mécanique en flexion caractérisée par un module d'élasticité de  $3428 \pm 142$  N/mm<sup>2</sup> et une force maximale à la rupture de  $43,4 \pm 2,8$  N/mm<sup>2</sup> pour une vitesse de déplacement de 0,1 mm/s.

5 **[0070]** L'absorption en eau après une immersion de l'objet une heure à température ambiante est de 40%. Le temps de rupture de l'objet soumis à une traction statique (24 Newtons) en immersion est de 5 heures.

### **EXEMPLE 4:**

#### 10 **Fabrication de produits selon l'invention à partir de blé.**

**[0071]** La matière première est du blé plante entière récolté et découpée de telle sorte que la paille ait une granulométrie inférieure à 5 mm et que les grains soient entiers.

**[0072]** Sa composition est la suivante:

15

Cellulose	Hémicelluloses	Lignines	Lipides	Protéines	Amidon	Sucres	Cendres	Humidité
-----38-----			1,4	7,2	46,8	0,1	2	91,3

20 (% massique M.S.).

**[0073]** La matière est extrudée dans un extrudeur bi-vis CLETRAL. Le profil de vis et le profil de température sont les suivants:

25

Zone	Zone 1		Zone 2		Zone 3		Zone 4		Zone 5		Zone 6		Zone 7	
Type de vis	T2F		C2F		C2F		Mal2	C2F	C2F		C2F	CFC2	C2F	
Pas de vis	60	60	33	33	25	25	10x10	33	33	33	25	-25	25	33
Température	25°C		26°C		64°C		85°C		83°C		89°C		90°C	

30

**[0074]** La teneur en eau de la matière est fixée à 25% par introduction d'eau en zone 2 de l'extrudeur. Le débit de matière sèche est de 40,5 kg/h, la vitesse des vis est de 210 tr/min. L'extrusion se fait sans plaque de tête (pas de filière).

**[0075]** L'extrudat obtenu a une humidité résiduelle de 14,2%. Il est mis en forme dans une presse à injecter (température de la chambre d'injection 127°C; température moule 30°C, pression limite d'injection 150 bars, durée du cycle 15 secondes).

35

**[0076]** L'objet mis en forme présente:

- une résistance mécanique en traction caractérisée par un module d'élasticité de  $3411 \pm 224$  N/mm<sup>2</sup> et une force maximale à la rupture de  $29,1 \pm 1,6$  N/mm<sup>2</sup> pour une vitesse de déplacement des mors de 5 mm/min.,
- et une résistance mécanique en flexion caractérisée par un module d'élasticité de  $4027 \pm 586$  N/mm<sup>2</sup> et une force maximale à la rupture de  $60,1 \pm 4,1$  N/mm<sup>2</sup> pour une vitesse de déplacement de 0,1 mm/s.

40

**[0077]** L'absorption en eau après une immersion de l'objet une heure à température ambiante est de 46%. Le temps de rupture de l'objet soumis à une traction statique (24 Newtons) en immersion est de 9 heures.

45

### **Revendications**

1. Procédé de préparation d'un matériau à base de matière végétale issue d'au moins une plante céréalière entière comprenant les étapes suivantes:

50

- a) découpage en fragments de l'ensemble des parties aériennes de la plante ou d'une fraction substantielle de celles-ci,
- b) broyage, ou cisaillement, des fragments jusqu'à l'obtention de granulats présentant une taille moyenne comprise entre 0,01 et 10 mm,
- c) ajustement de la teneur en eau des granulats jusqu'à atteindre un taux d'hydratation global compris entre environ 10 et 35%, et
- d) mise en forme du matériau.

55

## EP 0 989 228 A1

2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que les fragments issus de l'étape a) sont séchés jusqu'à atteindre une humidité résiduelle comprise entre environ 5 et 20%, avant d'être broyés ou cisailés.
- 5 3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2 caractérisé en ce que les granulats sont soumis, après broyage et cisaillement, ajustement de la teneur en eau, à une étape d'extrusion.
- 10 4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que la répartition des granulats obtenus à l'issue de l'étape c) est la suivante, les pourcentages étant exprimés en poids de la matière sèche:
  - entre environ 5 et 50% de granulats ayant une taille inférieure à environ 0,25 mm,
  - entre environ 5 et 40% de granulats ayant une taille comprise entre environ 0,25 et 0,5 mm,
  - entre environ 15 et 60% de granulats ayant une taille comprise entre environ 0,5 et 1 mm.
  - entre environ 1 et 10% de granulats ayant une taille comprise entre environ 1 et 1,25 mm,
  - 15 - entre environ 0,5 et 7% de granulats ayant une taille comprise entre environ 1,25 et 1,4,
  - entre environ 1 et 10% de granulats ayant une taille comprise entre environ 1,4 et 1,7 mm,
  - entre environ 0,1 et 10% de granulats ayant une taille comprise entre environ 1,7 et 2,36 mm, et
  - entre environ 0 et 10% de granulats ayant une taille supérieure à environ 2,36 mm.
- 20 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que la plante céréalière est le maïs ou le blé.
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que les parties aériennes de la plante sont découpées en fragments ayant une longueur moyenne comprise entre environ 0,5 et 10 cm.
- 25 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que le matériau est mis en forme dans une presse à injecter.
8. Granulats de matière végétale présentant la répartition granulométrique suivante, les pourcentages étant exprimés en poids de la matière sèche:
  - 30 - entre environ 5 et 50% de granulats ayant une taille inférieure à environ 0,25 mm,
  - entre environ 5 et 40% de granulats ayant une taille comprise entre environ 0,25 et 0,5 mm,
  - entre environ 15 et 60% de granulats ayant une taille comprise entre environ 0,5 et 1 mm.
  - entre environ 1 et 10% de granulats ayant une taille comprise entre environ 1 et 1,25 mm,
  - entre environ 0,5 et 7% de granulats ayant une taille comprise entre environ 1,25 et 1,4,
  - 35 - entre environ 1 et 10% de granulats ayant une taille comprise entre environ 1,4 et 1,7 mm,
  - entre environ 0,1 et 10% de granulats ayant une taille comprise entre environ 1,7 et 2,36 mm, et
  - entre environ 0 et 10% de granulats ayant une taille supérieure à environ 2,36 mm.
- 40 9. Granulats selon la revendication 8 caractérisés en ce qu'ils présentent la composition suivante, les pourcentages étant exprimés en poids de la matière sèche:
  - entre environ 20% et 60% d'amidon,
  - entre environ 3 et 20% de protéines,
  - entre environ 15 et 60% de cellulose, d'hémicellulose, et de lignine,
  - 45 - entre environ 1 et 15% de lipides et ,
  - entre environ 0,01 et 10% de sucres.
- 50 10. Matériau à base de matière végétale présentant une résistance à la traction d'au moins 10N/mm<sup>2</sup>, et un module de traction d'au moins 1500N/mm<sup>2</sup>.
11. Matériau à base de matière végétale présentant une résistance à la flexion d'au moins 20 N/mm<sup>2</sup>, et un module de flexion d'au moins 1500N/mm<sup>2</sup>.
- 55 12. Matériau selon l'une des revendications 10 et 11 caractérisé en ce qu'il présente la composition suivante, les pourcentages étant exprimés en poids de la matière sèche:
  - entre environ 20% et 60% d'amidon,
  - entre environ 3 et 20% de protéines,

## EP 0 989 228 A1

- entre environ 15 et 60% de cellulose, d'hémicellulose, et de lignine,
- entre environ 1 et 15% de lipides et ,
- entre environ 0,01 et 10% de sucres.

5 **13.** Matériau selon l'une des revendications 10 à 12 caractérisé en ce qu'il présente des formes creuses ou pleines ou en ce qu'il est profilé.

10

15

20

25

30

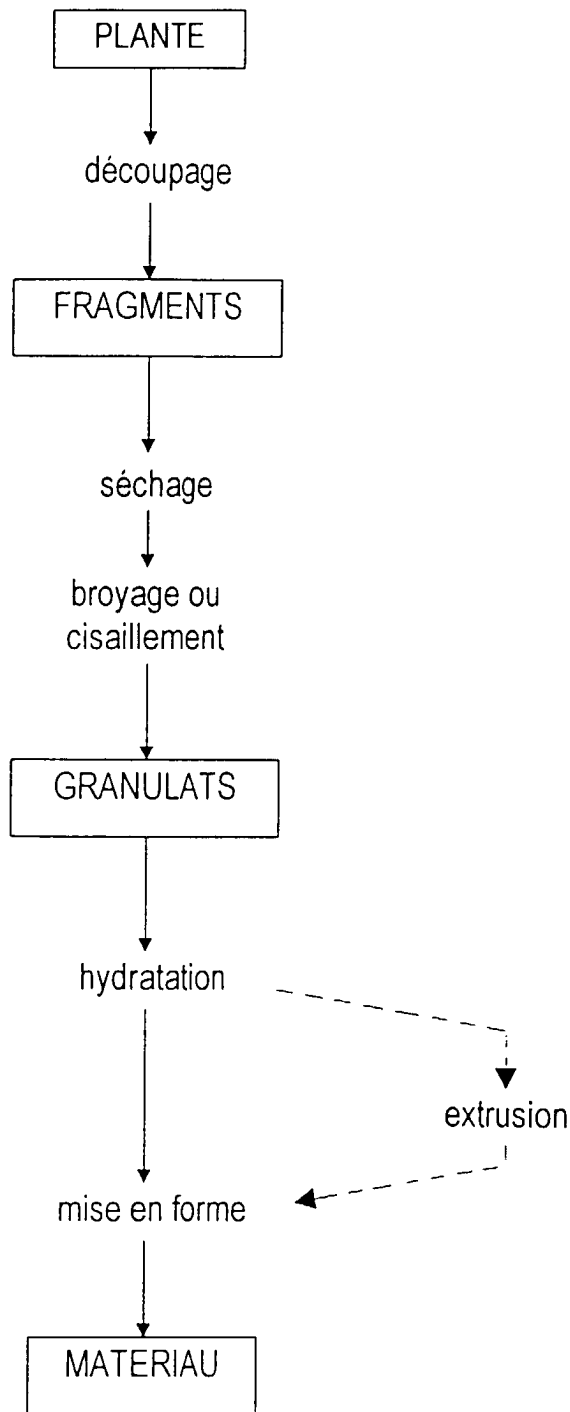
35

40

45

50

55



FIGURE



Office européen  
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande  
EP 99 40 2274

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CI.7)
X	DE 93 12 985 U (PROHADI) 18 novembre 1993 (1993-11-18) * le document en entier * ---	1,2,5,6,13	D21B1/00
A	DE 39 37 168 A (JUCHEM) 16 mai 1991 (1991-05-16) * le document en entier * ---	1,5,7,13	
A	WO 95 15252 A (BIO-SUN) 8 juin 1995 (1995-06-08) * le document en entier * -----	1,3,6,13	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CI.7)
			D21B
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 10 janvier 2000	Examineur De Rijck, F
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

EPO FORM 1503 03 82 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 99 40 2274

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

10-01-2000

Document brevet cite au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE 9312985 U	18-11-1993	DE 4412248 A	02-03-1995
DE 3937168 A	16-05-1991	AUCUN	
WO 9515252 A	08-06-1995	CA 2177984 A	08-06-1995

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82