

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①① N° de publication :

3 120 873

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national :

21 02660

⑤① Int Cl⁸ : **C 10 B 49/02** (2020.12), C 10 B 53/02, B 27 L 11/00,
C 08 L 97/02, C 09 J 197/02, B 27 N 3/00, E 04 B 1/74

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 17.03.21.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 23.09.22 Bulletin 22/38.

⑤⑤ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

☐ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : **EUROPEENNE DE BIOMASSE**
Société par actions simplifiée — FR.

⑦② Inventeur(s) : MARTEL Frédéric et QUINTERO-
MARQUEZ Adriana.

⑦③ Titulaire(s) : **EUROPEENNE DE BIOMASSE** Société
par actions simplifiée.

⑦④ Mandataire(s) : IP TRUST.

⑤④ **BIOMATERIAU A PARTIR DE BIOMASSE LIGNOCELLULOSIQUE VAPOCRAQUEE.**

⑤⑦ L'invention se rapporte au domaine des biomatériaux.
Plus particulièrement, l'invention concerne un biomatériau
biosourcé obtenu à partir d'une biomasse lignocellulosique
vapocraquée sous forme de poudre, ainsi que son procédé
de préparation et ses utilisations. L'invention concerne aus-
si l'utilisation d'une poudre obtenue par vapocraquage pour
la préparation de biomatériaux.

FR 3 120 873 - A1



Description

Titre de l'invention : BIOMATERIAU A PARTIR DE BIOMASSE LIGNOCELLULOSIQUE VAPOCRAQUEE

[0001] L'invention se rapporte au domaine des biomatériaux. Plus particulièrement, l'invention concerne un biomatériau biosourcé obtenu à partir d'une biomasse lignocellulosique vapocraquée sous forme de poudre, ainsi que son procédé de préparation et ses utilisations. L'invention concerne aussi l'utilisation d'une poudre obtenue par vapocraquage pour la préparation de biomatériaux.

Domaine de l'invention

[0002] Les matériaux de type panneaux de particules, de fibres, contreplaqués, OSB, isolants, conçus à partir de bois utilisent différents procédés (broyage, mélange, pressage, traitement thermique) et différentes formulations (fibres + colles) pour obtenir des produits présentant des caractéristiques de résistance à l'eau (mesurée par gonflement), de résistance à la flexion (contrainte à la rupture), d'élasticité, de cohésion, d'arrachement, ...

[0003] Dans le cas de panneaux de fibres par exemple, on humidifie les fibres pour être au-dessus du point de saturation des fibres, on mélange avec la colle choisie (colle phénolique, avec urée, et /ou formaldéhyde), on disperse les fibres dans un moule en essayant d'obtenir une répartition homogène, on presse selon un programme de montée en pression progressive (pouvant aller jusqu'à 5 à 10 N/mm²) par palier de quelques minutes, avec des températures jusqu'à 200°C. Les problématiques observées sont la rupture des fibres lors du mélange avec les colles, la consommation d'eau qui est ensuite perdue au pressage sous forme de vapeur, ce qui contribue à une surconsommation énergétique, et enfin la présence de composés organiques volatils toxiques lors de l'utilisation du matériau en atmosphère intérieure.

[0004] La fabrication de matériaux par chauffage et décomposition chimique du bois (procédé de réification) permet d'éviter des composés chimiques ajoutés. Mais cela ne convient pas à toutes les applications, et la réification du bois est un procédé batch (étuve), donc plus coûteux, et sans récupération d'énergie.

[0005] Les systèmes de traitement de la biomasse sèche et en continu sont utilisés chez les panneautiers (panneau moyenne densité à base de fibres) mais avec un ajout de colle d'imprégnation. Les systèmes de traitement de la biomasse sèche en batch (steam explosion) et en continu (vapocraquage) sont surtout utilisés chez les fabricants de black pellet et pour la biotechnologie (mais avec auxiliaires chimiques).

[0006] Les procédés existants de vapocraquage permettent de produire une poudre de biomasse lignocellulosique, sèche, prétraitée, sans additif chimique, stable et viable

économiquement pour des commodités comme l'énergie ou les biotechnologies, donc a fortiori viable pour des produits à haute valeur ajoutée.

[0007] Face aux enjeux environnementaux, il est souhaitable de disposer de nouveaux biomatériaux plus écologiques et dont les coûts de production sont viables.

Exposé de l'invention

[0008] Les inventeurs proposent de produire de nouveaux biomatériaux à partir de biomasse lignocellulosique vapocraquée.

[0009] Ainsi, l'invention concerne un procédé de production d'un biomatériau à partir de biomasse lignocellulosique vapocraquée sous forme de poudre consistant à :

- [0010] – disposer d'une biomasse lignocellulosique ;
- traiter ladite biomasse par vapocraquage jusqu'à obtention d'une poudre ;
- presser ladite poudre seule ou en associant avec un matériau fibreux pour densification.

[0011] L'invention concerne également l'utilisation d'une poudre obtenue par vapocraquage d'une biomasse lignocellulosique en tant que matière première pour la préparation d'un biomatériau.

[0012] Enfin, l'invention concerne un biomatériau obtenu à partir de poudre vapocraquée et ses utilisations.

Avantages de l'invention

[0013] L'aspect écologique de l'invention est primordial : les biomatériaux utilisant tout ou partie de poudres vapocraquées, avec ou sans fibres naturelles, ne nécessitent pas de produit chimique de synthèse, à la fois source de pollution atmosphérique par leur production ou leur fin de vie, mais aussi en termes de toxicité lors de la fabrication des biomatériaux. De plus, l'absence de produit chimique de synthèse dans le produit fini évite le relargage de produits toxiques lors de son utilisation : pas de contamination des espaces fermés.

[0014] Par ailleurs, l'absence d'eau ou sa diminution drastique pour le pressage lors de la fabrication (étape de densification) réduit les coûts énergétiques (moindre chauffage) et les effluents gazeux ou liquides.

[0015] Ce procédé permet le recyclage des bois de déchets et d'éléments d'ameublement ou de déconstruction (bois dit « B ») alors que ces bois impropres à la combustion comme biomasse naturelle n'ont à ce jour que les incinérateurs comme devenir. Réutilisés ainsi après vapocraquage (qui leur donne une forme neutre homogène), ils retournent à leur usage premier.

[0016] L'utilisation de biomasse (bois notamment) vapocraquée amenant des capacités naturelles de cohésion permet de réduire les impacts environnementaux (peu ou pas de produits chimiques, procédés de pressage sans eau et avec moins d'énergie).

- [0017] Le vapocraquage de biomasse est principalement utilisé pour la production de bio-combustibles sous la forme de granulés denses (black pellets). Les coûts de production en vue d'un usage de matière vapocraquée en tant que biomatériau, peuvent être réduits en prélevant, en parallèle d'un usage principal (black pellet), un produit intermédiaire de la production (poudre ou « granulettes », granulés de moyenne densité de compression), et de l'employer comme matière première (les poudres plus ou moins fibreuses fabriquées au vapocraquage, utilisées seules) ou auxiliaire de fabrication de matériau fibre (les poudres les plus fines, employées comme colle ou liant naturel). Les coûts de production peuvent également être réduits en optimisant le procédé par récupération de l'énergie produite pendant le vapocraquage (composés volatils organiques (VOC), vapeur, chaleur...).
- [0018] Le procédé est très intéressant du fait qu'il est modulable à façon. En effet, la poudre vapocraquée peut être utilisée seule, on obtient alors des panneaux ayant une faible résistance à la rupture (contrainte de flexion un peu faible), mais une bonne résistance au gonflement. Ce type de biomatériau est adapté à un usage en tant que matériau de garnissage (isolant par exemple), qui ne subit pas de flexion ou d'effort élevé (poudres vapocraquées d'une ou plusieurs espèces représentant 100% du biomatériau). Alternativement, la poudre vapocraquée peut être utilisée en tant que liant / colle naturelle en mélange avec des fibres de biomasse, on obtient alors des panneaux de fibres avec le renfort des fibres naturelles plus ou moins préparées, et une cohésion obtenue avec la poudre après un pressage sans eau et sans colles chimiques. Le biomatériau présente alors une bonne résistance mécanique et peut être utilisé dans la fabrication de panneaux composites.
- [0019] Par ailleurs, on peut jouer sur la matière première et sur le traitement pour des applications différentes : un résineux donnera un produit fibreux ; un feuillu, un produit non fibreux. Une sévérité de traitement de vapocraquage très élevée ira dans le sens de la densité du produit et de la résistance au gonflement. Une sévérité faible ira dans le sens d'un produit fini léger.
- [0020] Enfin, le vapocraquage de la biomasse renforce le caractère d'hydrophobie du biomatériau, en limitant le gonflement du produit fini, ce qui est important pour des usages en atmosphères humides, notamment pendant les phases de construction des habitations en bois, alors que les contreventements sont exposés, tant que le bâtiment n'est ni hors d'eau, ni hors d'air.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

- [0021] Un premier objet de l'invention concerne un procédé de production d'un biomatériau à partir de biomasse lignocellulosique vapocraquée sous forme de poudre consistant à :
- [0022] – disposer d'une biomasse lignocellulosique

- traiter ladite biomasse par vapocraquage jusqu'à obtention d'une poudre
- presser ladite poudre, seule ou en association avec un matériau fibreux ou un liant, pour densification.

[0023] Par « biomasse lignocellulosique », on entend une matière végétale dont les constituants majeurs sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Les proportions de ces composants varient selon les espèces végétales. Dans le cadre de l'invention, la biomasse lignocellulosique d'intérêt est principalement du bois, notamment de résineux ou de feuillus, mais peu aussi intégrer des résidus agricoles, coproduits de l'agriculture et de l'agro-industrie, ou bois de déchet d'ameublement ou de déconstruction.

[0024] Par « biomatériau », on entend un matériau intégrant au moins en partie une matière première d'origine naturelle ou biosourcée.

[0025] Dans un mode de réalisation préféré, le vapocraquage est réalisé en appliquant un facteur de sévérité compris entre 3 et 5.

[0026] Dans un mode de réalisation particulier, la poudre vapocraquée est obtenue comme suit :

[0027] - obtention, à partir de plaquettes de bois, de fragments de bois dont la dimension est comprise entre 0,5 et 14 mm et présentant un taux d'humidité compris entre 5 et 27% ;

[0028] - introduction en continu d'un volume prédéterminé par minute desdits fragments de bois dans un réacteur sous pression, ledit réacteur étant alimenté en vapeur d'eau sensiblement saturée dont la pression est comprise entre 10 et 25 bars et la température est comprise entre 180 et 220°C ;

[0029] - exposition des fragments de bois introduits dans ledit réacteur à ladite vapeur d'eau pendant une durée suffisante pour obtenir un vapocraquage comprise entre 5 et 30 minutes, la valeur de ladite durée d'exposition et la valeur de la température de ladite vapeur sensiblement saturée étant sélectionnées de sorte que le facteur de sévérité soit compris entre 3 et 5, de préférence entre 3,5 et 4,5;

[0030] - extraction en continu dudit réacteur d'un même volume prédéterminé de fragments de bois par minute, au travers d'une pluralité d'orifices débouchant dans un conduit sensiblement à la pression atmosphérique, de sorte à provoquer une décompression explosive desdits fragments de bois extraits dudit réacteur dans ledit conduit ;

[0031] - séparation desdits fragments de bois décompressés et de la vapeur résiduelle extraite dudit réacteur, lesdits fragments de bois obtenus après séparation formant ladite matière combustible sous forme de poudre.

[0032]

[0033] Le Facteur de Sévérité du traitement est défini par la formule :

[0034] $FS = \text{Log}_{10}(\text{temps}(\text{min}) * \exp((T^{\circ}\text{C} - 100) / 14,75))$.

[0035] Plus la température est élevée et plus la durée de traitement est longue, plus la

sévérité augmente, plus on constate de transformation dans le produit, plus on perd de la matière carbonée dans les évaporats.

[0036] Le produit du procédé de vapocraquage est récupéré sous forme de poudre ou sous forme de granulés faiblement compressés aussi appelés « granulettes ».

Ces granulettes correspondent à une forme de poudre compressée de sorte à donner à celle-ci la forme d'un granulé mais qui se transforme facilement en poudre par une simple action mécanique (mélange). Cette forme de granulette peut être adoptée lors du conditionnement du produit afin d'en faciliter la manipulation (transport, stockage) mais ses caractéristiques sont celles d'une poudre (friabilité, dispersion).

[0037] De plus, la poudre vapocraquée est sèche, elle peut ainsi être conservée et transportée, elle est stable.

[0038] Dans un premier mode particulier de réalisation de l'invention, la biomasse est constituée à plus de 50% de résineux et la poudre obtenue peut être densifiée seule pour donner un biomatériau. En effet, le vapocraquage d'un bois résineux donnera une poudre fibreuse apte à être densifiée seule. Le biomatériau obtenu aura tendance à avoir une résistance moyenne et sera de préférence utilisé en tant que matériau de garnissage, en particulier en tant qu'isolant.

[0039] Dans un mode de réalisation particulier, le procédé de production d'un biomatériau est mis en œuvre par vapocraquage d'une biomasse de nature fibreuse. La poudre obtenue est de nature fibreuse et peut être densifiée seule.

[0040] Dans un second mode de réalisation de l'invention, la biomasse est constituée à plus de 50% de feuillus et la poudre obtenue (fine et non fibreuse) sera préférentiellement utilisée comme liant avec une matière fibreuse pour réaliser un biomatériau. Dans un mode de réalisation préféré, la poudre vapocraquée utilisée en tant que liant peut représenter jusqu'à 50% des constituants du biomatériau. Cela permet la production d'un biomatériau présentant une bonne cohésion et bonne résistance mécanique ; il peut être utilisé pour la fabrication de panneaux composites. Cette poudre permet la cohésion des matières fibreuses par pressage sans utilisation d'eau ou de produits chimiques, produisant ainsi un produit final écologique.

[0041] Dans un mode de réalisation particulier, le procédé de production d'un biomatériau est mis en œuvre par vapocraquage d'une biomasse de nature non fibreuse. La poudre obtenue est de nature non fibreuse et est utilisée en tant que liant en association avec une matière fibreuse.

[0042] Dans un troisième mode de réalisation, le biomatériau est préparé à partir d'un mélange des poudres de bois vapocraquées de nature fibreuse et non fibreuse. Un tel mélange confère au biomatériau des propriétés intéressantes combinant résistance à l'eau, cohésion et rigidité. Notamment, un bois résineux comme l'épicéa va donner un produit fibreux et un bois feuillu comme le chêne va donner un produit non fibreux.

D'autres types de bois au sein des familles de résineux ou de feuillus peuvent aussi donner des produits fibreux et non fibreux indépendamment de l'essence résineuse ou feuillue, l'objectif étant de disposer d'un produit final de mélange (avant ou après vapocraquage) présentant ces deux caractéristiques.

- [0043] Par « poudre vapocraquée fibreuse » au sens de l'invention, on entend une poudre contenant au moins 80% de particules dont le diamètre est supérieur à 500 μm .
- [0044] Par « poudreuse vapocraquée non fibreuse » au sens de l'invention, on entend une poudre contenant au moins 80% de particules dont le diamètre est inférieur à 500 μm .
- [0045] La biomasse peut être elle-même un mélange de différentes espèces et, de manière générale, l'utilisation de la poudre obtenue sera adaptée en fonction de sa teneur en fibres.
- [0046] Un deuxième objet de l'invention concerne l'utilisation d'une poudre obtenue par vapocraquage d'une biomasse lignocellulosique en tant que matière première pour la préparation d'un biomatériau.
- [0047] Comme mentionné précédemment, l'utilisation de la poudre dépendra de sa nature fibreuse ou non fibreuse.
- [0048] Ainsi, une poudre fibreuse peut être utilisée en tant que seul composant du biomatériau. Une poudre non fibreuse peut être utilisée en tant que liant pour la préparation d'un biomatériau en mélange avec un matériau fibreux.
- [0049] La poudre vapocraquée peut donc être utilisée en mélange avec un matériau fibreux et/ou un liant. Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, ledit matériau fibreux et/ou ledit liant sont des poudres vapocraquées. De manière tout à fait préférée, les différents composants du biomatériau sont tous issus du vapocraquage de biomasses lignocellulosiques, ces biomasses provenant d'espèces différentes.
- [0050] Ainsi, différentes espèces peuvent être mélangées avant vapocraquage, permettant de s'adapter au flux de biomasses disponibles et souvent hétérogènes, notamment en cas de biomasse provenant de matériaux à recycler. Il est également possible de mélanger les poudres provenant de lots de poudres vapocraquées différents. L'invention offre une grande flexibilité de mise en œuvre dans le traitement de la biomasse ainsi que de la préparation du biomatériau en fonction des poudres vapocraquées choisies ou disponibles.
- [0051] Un troisième objet de l'invention concerne un biomatériau biosourcé obtenu à partir de biomasse lignocellulosique vapocraquée sous forme de poudre. Il peut en particulier être obtenu par le procédé décrit précédemment.
- [0052] De manière préférée, ce biomatériau est 100% biosourcé et de manière encore plus préférée, il est composé de 100% de biomasse vapocraquée. Ce biomatériau est biodégradable.
- [0053] Enfin, un quatrième objet de l'invention concerne l'utilisation d'un biomatériau tel

que défini précédemment en tant que produit de garnissage, produit isolant, matériau de construction.

- [0054] Les biomatériaux à base de biomasse vapocraquée seule, sans liant (poudre vapocraquée à partir de résineux par exemple) sont généralement destinés à un usage en tant que produit de garnissage ou produit isolant.
- [0055] Les biomatériaux obtenus par mélange d'une biomasse vapocraquée (poudre vapocraquée à partir de feuillus par exemple, en tant que liant) avec un matériau fibreux (issu d'une biomasse vapocraquée ou autre) constituent des matériaux denses et plus résistants, adaptés à un usage en tant que matériau de construction (panneaux composites).
- [0056] Dans un mode de réalisation avantageux de l'invention, le biomatériau comprend un mélange de poudres de bois de nature fibreuse et de nature poudreuse préparées par vapocraquage. Dans un mode de réalisation particulier, la poudre de nature fibreuse est préparée à partir de résineux tel que l'épicéa et la poudre de nature poudreuse est préparée à partir de feuillus tel que le chêne.
- [0057] La présente invention sera mieux comprise à la lecture des exemples qui suivent, fournis à titre d'illustration et ne devant en aucun cas être considérés comme limitant la portée de la présente invention.

PARTIE EXPERIMENTALE

- [0058] **EXEMPLE 1 : Préparation de panneaux de fibres à partir de poudre vapocraquée sans additif**
- [0059] Des poudres de bois provenant d'épicéa et de chêne ont été préparées par vapocraquage. Les conditions de sévérités appliquées pendant le vapocraquage ont été d'un logarithme décimal de facteur de sévérité $\text{Log}_{10} \text{FS} = 4,05$ pour le chêne (C4) et de $\text{Log}_{10} \text{FS} 4,15$ pour l'épicéa (E6).
- [0060] Les poudres ont ensuite été façonnées en suivant le protocole qui suit :
- [0061] – prélèvement de la masse de fibres à prélever en fonction de la taille du panneau test,
- humidification des fibres pour être au-dessus du point de saturation des fibres (30% humidité),
- dispersion des fibres dans le moule (200 x 200 mm) en essayant d'obtenir une répartition homogène,
- pressage manuellement à l'aide d'une plaque qui permet de former un gâteau humide,
- démoulage du gâteau et introduction sous la presse entre 2 feuilles de papier hydrofuge (pour éviter les phénomènes d'adhésion),
- pressage selon le programme incluant différents paliers successifs de temps et de pression, à différentes températures (Cf. tableau des Essais dans la colonne

« temps de pressage »).

[0062] Les résultats sont présentés dans le Tableau 1 :

[0063]

[Tableaux1]

N°E ssai	Type matiè re	Masse Echantill on (g)	Quantité d'eau ou colle	Tempér ature (°C)	Tps pressage	Commentaires sur le biomatériau obtenu
1	C4	120	Particules Noyées	200	2,5 minutes à 80kN et 2,5 minutes à 40kN	Particules trop humides --> migration de l'eau pendant le pressage
2	C4	125	Partielleme nt Noyées	200	1 min à 8 kN, 1,5 min à 20 kN, 1 min à 40 kN, 1 min à 12 kN	Particules trop humides --> migration de l'eau pendant le pressage
3	C4	120	40 g	200	30 sec à 8 kN, 1,5 min à 20 kN, 1 min à 80 kN, 1 min à 20 kN	Première structure complète, phénomène d'effritement du panneau
4	E6	120	60 g	200	30 sec à 8 kN, 1,5 min à 20 kN, 1 min à 80 kN, 1 min à 20 kN	Bonne structure, la présence d'eau vient améliorer la rigidité et l'état de surface (à comparer avec le panneau N°7)
5	Epicéa natif	120	60 g	200	30 sec à 8 kN, 1,5 min à 20 kN, 1 min à 80 kN, 1 min à 20 kN	Epicéa Natif : la structure est existante mais néanmoins très friable et non ré- sistante à l'eau

6	Chêne natif	120	40 g	200	30 sec à 8 kN, 1,5 min à 20 kN, 1 min à 80 kN, 1 min à 20 kN	Chêne Natif : la structure est existante mais extrêmement friable. Impossibilité de découper un carré de 5 cm pour réaliser les essais normés pour le gonflement
7	E6	120	0	200	30 sec à 8 kN, 1,5 min à 20 kN, 1 min à 80 kN, 1 min à 20 kN	E6 sans Eau, la résistance mécanique semble moins importante par rapport au panneau N°4 (E6 avec Eau)
8	C4	120	0	200	30 sec à 8 kN, 1,5 min à 20 kN, 1 min à 80 kN, 1 min à 20 kN	C4 sans Eau, la résistance mécanique semble encore une fois moins importante par rapport au panneau N°3 (C4 avec Eau)
9	E6	110	<u>Colle</u> <u>Phénolique</u> <u>12,1 g</u> <u>BAKELIT</u> <u>E PF 1866</u> <u>HW Kundenmuster</u> <u>UN 3267</u> <u>(52%</u> <u>Extrait sec)</u>	200	30 sec à 8 kN, 1,5 min à 20 kN, 1 min à 80 kN, 1 min à 20 kN	Le panneau n'est pas convaincant, très poudreux et effritable mais il semble être léger. Cela provient du mélangeur qui a cassé les fibres
10	E6	110	<u>Colle</u> <u>Phénolique</u> <u>12,1 g</u> <u>BAKELIT</u>	200	2,5 min à 150 kN 2,5 min à 80 kN, 1 min à	Le panneau n'est pas convaincant, très poudreux et effritable mais il

			<u>E PF 1866</u> <u>HW Kun-</u> <u>denmuster</u> <u>UN 3267</u> <u>(52%</u> <u>Extrait sec)</u>		20 kN	semble être léger. Cela provient du mélangeur qui a cassé les fibres. L'augmentation de la pression n'a pas un grand impact sur ces 2 panneaux
11	E6 et C4	120 (60 et 60)	50 g	200	2,5 min à 150 kN 2,5 min à 80 kN, 1 min à 20 kN	Le mélange vient augmenter la cohésion générale du panneau. La poudre de chêne cohésive est ajoutée aux fibres d'épicéa donnant une bonne résistance mécanique (on supprime également l'effet effritable)
12	E6 et C4	160 (80 et 80 avec épicéa - chêne - épicéa)	65 g	200	2,5 min à 300 kN 2,5 min à 150 kN, 1 min à 50 kN	Augmentation de la masse volumique (passage de 600 à 800 kg/m ³) et de la pression pour obtenir un panneau plus compact (augmentation de la rigidité)
13	E6 et C4	160 (80 et 80 avec épicéa - chêne - épicéa)	40 g (10 - 20 - 10)	200	2,5 min à 250 kN 2,5 min à 150 kN, 1 min à 50 kN	Essais sur des mélanges de couches successives pour augmenter la cohésion avec la poudre adhésive au centre (C4) et le E6

						fibreux sur les ex- térieurs Bonne rigidité
14	E6 et C4	160 (80 et 80 avec chêne - epicéa - chêne)	35 g (7,5 - 20 - 7,5)	200	2,5 min à 250 kN 2,5 min à 150 kN, 1 min à 50 kN	Même essai mais avec la poudre cohésive de C4 sur les ex- térieurs et les fibres de E6 au centre. La rigidité semble équivalente au panneau n°13 mais les couches de chêne sont effritables Bonne rigidité
15	E6 et C4	160 (80 et 80 avec chêne - epicéa - chêne)	0	200	2,5 min à 300 kN 2,5 min à 150 kN, 1 min à 50 kN	Même panneau que le n°14 mais sans eau en augmentant la pression sur les 2,5 premières minutes. Adhésion moins im- portante (par rapport au n°14) mais bonne rigidité
16	E6 et C4	160 (80 et 80 mélange)	0	200	2,5 min à 500 kN 2,5 min à 300 kN, 1 min à 150 kN	Mélange avec aug- mentation de la pression mais sans eau. Très bonne rigidité et bonne cohésion
17	E6 et C4	160 (80 et 80 mélange)	35	200	2,5 min à 500 kN 2,5 min à 300 kN, 1 min à 150 kN	Panneau semblable au n°16 avec ajout d'eau qui vient augmenter la cohésion du mélange, très bonne

						rigidité. Mise en lamelle pour essai de flexion 3 points
--	--	--	--	--	--	--

[0064] **Tableau 1** : Récapitulatif des essais de préparation des biomatériaux à partir de produits de vapocraquage.

[0065] **EXEMPLE 2 : Caractérisation des biomatériaux obtenus**

[0066] 1. Mesure du gonflement à l'eau :

[0067] La capacité de résistance à l'humidité a été évaluée par la mesure de l'épaisseur de chaque éprouvette carrée (5 x 5 cm) avant et après immersion dans de l'eau à 20°C pendant 24h.

[0068] Le calcul du gonflement est effectué comme suit :

[0069] [Math.1]

$$G = \frac{(e_{\text{après}} - e_{\text{avant}})}{e_{\text{avant}}} \text{ en } \%$$

[0070] dans laquelle :

[0071] – G est le gonflement

– e est l'épaisseur

[0072] 2. Mesure de la densité réelle :

[0073] La masse volumique ou densité réelle est le produit des longueurs, largeurs et épaisseurs des éprouvettes utilisées pour les essais de gonflement

[0074] Les résultats sont présentés dans le Tableau 2

[0075]

[Tableaux2]

Essai	Densité réelle (kg/m ³)	Gonflement (%)
3	613,2	13,1%
4	606,0	9,4%
5	556,8	217,4%
7	565,6	25,4%
8	548,1	10,0%
9	484,5	28,1%
10	461,6	16,0%
11	632,7	11,4%
13	833,4	17,2%
14	796,9	12,7%
15	729,0	16,1%

[0076] **Tableau 2:** Essais de résistance à la flexion selon l'EN 310 : Mise en forme des éprouvettes (largeur = 5 cm et longueur = 20 x épaisseur + 50 mm soit 150 mm (éprouvette de 5 mm d'épaisseur). La machine donne directement la force maximale à la rupture soit F_{max} et on peut recalculer la résistance à la flexion f_m .

[0077] 3. Résistance à la flexion

[0078] La résistance à la flexion f_m (en newtons par millimètre carré) de chaque éprouvette, est calculée à partir de la formule suivante :

[0079] [Math.2]

$$f_m = \frac{3 F_{max} l_1}{2 b t^2}$$

[0080] dans laquelle :

- [0081] – F_{max} est la charge de rupture, en newtons
- t est l'épaisseur de l'éprouvette exprimée en millimètre
- l est la longueur de l'éprouvette, exprimée en millimètres
- b est la largeur, exprimée en millimètres

[0082] La résistance à la flexion de chaque éprouvette étant exprimée avec trois chiffres significatifs.

[0083] Les résultats pour l'éprouvette n° 17 sont présentés dans le Tableau 3 ci-dessous :

[0084]

[Tableaux3]

Résistance à la rupture (N)	Epaisseur Epreuve (mm)	Largeur Epreuve (mm)	Contrainte Flexion (Mpa)
-0,128	4,24	48,3	0,0012

[0085] **Tableau 3** : Paramètres relatifs à la résistance à la flexion de l'éprouvette n°17

[0086] 4. Analyse des résultats

[0087] Le test de gonflement permet de voir la résistance du matériau à l'eau. On remarque une nette amélioration entre les natifs et les simples explosés (217,4% contre 10%). De plus, les panneaux de chêne C4 semblent très résistants à l'eau (n°3 et n°8 avec 13 et 10% respectivement) ce qui peut être lié à l'aspect poudreux.

[0088] Les panneaux sandwichs ou mélanges oscillent entre 11 et 17% ce qui est en dessous des valeurs maximales normatives pour des panneaux soumis aux classes d'emploi 2 (très impressionnant pour des panneaux sans colle et sans eau pour certains). L'observation après gonflement montre que les panneaux sandwichs absorbent moins d'eau (prise de masse moins importante et évacuation d'eau sur le papier moins importante).

[0089] La pression n'influe pas sur la résistance à l'eau mais plutôt sur la rigidité du panneau tout comme la quantité de matière à presser. La présence d'eau ou non comme liant vient jouer un rôle sur la résistance au gonflement : en effet, un panneau pressé avec eau est, selon les résultats, plus résistant au gonflement car sa cohésion est sûrement meilleure.

[0090] Les panneaux avec la colle phénolique ne donnent pas de bons résultats.

[0091] **En conclusion, le chêne semble apporter de la cohésion et de la résistance à l'eau mais fait des panneaux facilement effritables (poudre fine) alors que l'épicéa permet de rigidifier l'ensemble (longues fibres) mais est moins cohésif. Les résultats sont toutefois meilleurs qu'avec de la colle phénolique. Le mélange chêne-épicéa (ou résineux-feuillu, ou produit fibreux-produit poudreux) donne les résultats les plus satisfaisants quant aux 3 critères évalués : résistance à l'eau, cohésion et rigidité.**

[0092] Avec un gonflement moyen autour de 15% sur les panneaux vapocraqués de 5 mm d'épaisseur, on remarque que cette valeur est inférieure (pour des panneaux sans colle et même parfois sans eau) par rapport au gonflement sur 24h pour tous les autres types de panneaux (fibres, MDF, particules, OSB, isolants) qui varient entre 15% et 25-30%. Pour ce qui est de la résistance mécanique à la flexion les résultats expérimentaux sont bien inférieurs aux résistances pour les autres types de panneaux (0,9 MPa étant la valeur la plus faible pour des panneaux en usage sec).

[0093] Le caractère très hydrophobe et cohésif des poudres vapocraquées a de nombreux avantages, elles pourraient par exemple être utilisées en remplacement de la colle ou alors en ajout pour diminuer la quantité de colle afin d'obtenir les mêmes caractéristiques mécaniques. Cette poudre pourrait également être utilisée en tant que couche hydrophobe pour des panneaux utilisés dans des conditions humides. Ou encore créer des panneaux isolants résistants à l'eau grâce à cette poudre vapocraquée.

Revendications

- [Revendication 1] Procédé de production d'un biomatériau à partir de biomasse lignocellulosique vapocraquée sous forme de poudre consistant à :
- disposer d'une biomasse lignocellulosique
 - traiter ladite biomasse par vapocraquage jusqu'à obtention d'une poudre
 - presser ladite poudre, seule ou en association avec un matériau fibreux, pour densification.
- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1 dans lequel ladite poudre densifiée seule est de nature fibreuse.
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication 1 dans lequel ladite poudre est de nature non fibreuse et est densifiée en association avec un matériau fibreux.
- [Revendication 4] Procédé selon la revendication 1 dans lequel ladite poudre densifiée seule est un mélange de poudres vapocraquées de nature fibreuse et non fibreuse.
- [Revendication 5] Utilisation d'une poudre obtenue par vapocraquage d'une biomasse lignocellulosique en tant que matière première pour la préparation d'un biomatériau.
- [Revendication 6] Utilisation selon la revendication 5 dans laquelle ladite poudre est le seul composant du biomatériau.
- [Revendication 7] Utilisation d'une poudre non fibreuse obtenue par vapocraquage d'une biomasse lignocellulosique en tant que liant pour la préparation d'un biomatériau.
- [Revendication 8] Utilisation selon la revendication 5 dans laquelle ladite poudre est mélangée avec un matériau fibreux et/ou un liant.
- [Revendication 9] Biomatiériau obtenu à partir de biomasse lignocellulosique vapocraquée sous forme de poudre fibreuse ou non fibreuse.
- [Revendication 10] Biomatiériau selon la revendication 9 comprenant un mélange de poudres de bois de nature fibreuse et de nature non fibreuse préparées par vapocraquage.
- [Revendication 11] Utilisation d'un biomatiériau tel que défini à l'une des revendications 9 ou 10 en tant que produit de garnissage, produit isolant et/ou panneaux composites.

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 890782
FR 2102660

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	CN 110 253 708 A (JIANGSU VOCATIONAL INST ARCHITECTURAL TECH) 20 septembre 2019 (2019-09-20) * abrégé; revendications 1,5-9 * -----	1-5, 7-9, 11	C10B49/02 C10B53/02 B27L11/00 C08L97/02 C09J197/02
X	CN 105 856 379 A (UNIV SOUTH CHINA TECH) 17 août 2016 (2016-08-17) * abrégé; revendications 1,4,9,10; exemple 2 * -----	1-3, 5, 8-11	B27N3/00 E04B1/74
X	WO 2020/260801 A1 (EUROPEENNE DE BIOMASSE [FR]) 30 décembre 2020 (2020-12-30) * abrégé; revendications 1,7,12; figure 1 * * page 10, lignes 29-32 * -----	1-3, 5-7, 9	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) B27N
Date d'achèvement de la recherche 2 décembre 2021		Examineur Baran, Norbert	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS 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		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2102660 FA 890782**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
 Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **02-12-2021**
 Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
CN 110253708 A	20-09-2019	AUCUN	
CN 105856379 A	17-08-2016	AUCUN	
WO 2020260801 A1	30-12-2020	FR 3097555 A1	25-12-2020
		WO 2020260801 A1	30-12-2020