



(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication :
MA 38998 B1

(51) Cl. internationale :
C07K 16/28; A61K 39/395

(43) Date de publication :
30.04.2018

(21) N° Dépôt :
38998

(22) Date de Dépôt :
02.05.2016

(71) Demandeur(s) :
**UNIVERSITE HASSAN II, univeristé hassan II Casablanca- Présidence, 19 rue Tarik
Bnou Ziad (MA)**

(72) Inventeur(s) :
**AINANE TARIK ; M'HAMMED ELKOUALI ; MOUSSA ELMATAR ; TALBI
MOHAMMED ; FATIMA KHAMMOUR ; ABDELKBIR KENZ**

(74) Mandataire :
HANANE NAHID

(54) Titre : **NOUVELLE FORMULATION COLLANTE A BASE DE DECHETS DE LA MENTHE
POUR LA FABRICATION DES PANNEAUX CONTREPLAQUES.**

(57) Abrégé : La présente invention entre dans le cadre de la valorisation des déchets de la menthe (déchets verts). il s'agit de les réutiliser comme une charge avec d'autres produits de base afin de constituer une formulation collante pour coller les panneaux à base de bois, en particulier les panneaux contreplaqués. Cette invention étudie l'effet des déchets de la menthe dans la formulation collante sur la durabilité des panneaux contreplaqués. Les résultats ont montré que l'ajout des déchets de la menthe dans la formulation se traduit par une amélioration des caractéristiques physicochimiques de la colle et par une augmentation des propriétés mécaniques.

ABREGE

La présente invention entre dans le cadre de la valorisation des déchets de la menthe (déchets verts). Il s'agit de les réutiliser comme une charge avec d'autres produits de base afin de constituer une formulation collante pour coller les panneaux à base de bois, en particulier les panneaux contreplaqués.

Cette invention étudie l'effet des déchets de la menthe dans la formulation collante sur la durabilité des panneaux contreplaqués. Les résultats ont montré que l'ajout des déchets de la menthe dans la formulation se traduit par une amélioration des caractéristiques physico-chimiques de la colle et par une augmentation des propriétés mécaniques.

NOUVELLE FORMULATION COLLANTE A BASE DES DECHETS DE LA MENTHE POUR LA FABRICATION DES PANNEAUX CONTREPLAQUES

DESCRIPTION

DOMAINE DE L'INVENTION :

[0001] La présente invention a pour objet une composition correspondante à une formulation composée des déchets de la menthe destinée au collage des contreplaqués. La formulation englobe des déchets de la menthe avec d'autres produits de base ayant des propriétés physico-chimiques (pH, densité, pourcentage d'extrait sec, viscosité et réactivité) et des propriétés mécaniques (résistance au cisaillement et pourcentage de rupture cohésive) remarquables par rapport aux autres colles commerciales.

ETAT DE L'ART :

[0002] La colle joue un rôle important dans la construction des contreplaqués, à cette raison l'étape d'encollage est une étape essentielle dans le procédé de fabrication des contreplaqués. La qualité de résistance et la durabilité des panneaux liées à l'adhérence des plis dépendent automatiquement de la qualité d'encollage.

[0003] L'industrie du bois s'intéresse à l'utilisation de plusieurs types des colles, particulièrement les colles à base de résines phénoliques pour les applications extérieures ou structurales, les colles à base de résine mélamine urée-formol pour les applications humides et les colles à base de résines urée-formol pour les applications intérieures. Ces dernières sont considérées des systèmes de collage les plus utilisées depuis des dizaines d'années et qui restent prépondérantes [1].

[0004] Pour la détermination de la qualité du collage des panneaux des contreplaqués, il n'existe pas de spécification relative à l'adhésif [2]. La Norme NM 13.6.116 [3] présente une classification des panneaux de contreplaqué basée sur la résistance du collage à l'humidité ambiante. De plus, la norme marocaine NM 13.6.120 [4] regroupe la classification des collages des panneaux des contreplaqués en trois classes selon la résistance à l'humidité. (Tableau 1)

Tableau 1. Classification des collages des panneaux contreplaqués selon la résistance à l'humidité.

Classe	Milieu d'utilisation
Classe 1 Milieu sec	Contreplaqué destiné à être utilisé dans des conditions caractérisées par une teneur en humidité du matériau correspondant à une température de 20 °C et à une humidité relative de l'air environnant ne dépassant 65 % que quelques semaines par an.
Classe 2 Milieu humide	Contreplaqué destiné à être utilisé dans des conditions caractérisées par une teneur en humidité du matériau correspondant à une température de 20 °C et à une humidité relative de l'air environnant ne dépassant 85 % que quelques semaines par an.
Classe 3 Milieu extérieur	Contreplaqué destiné à être utilisé dans des conditions climatiques conduisant à des teneurs en humidité supérieures à celles de la classe 2.

[0005] Les adhésifs à base de résines urée-formaldéhyde présentent plusieurs avantages, à savoir : une applicabilité à diverses espèces forestières, une couleur blanchâtre, un temps de pressage très court (moins de 2 minutes), la possibilité de servir de diluant pour des adhésifs plus chers, et un coût relativement bas [5-7]. Par contre, ces adhésifs présentent comme inconvénient le manque de résistance à l'eau due à l'hydrolyse de liaisons chimiques, responsables de la réticulation de la résine, c'est-à-dire les ponts méthylène (-CH₂-) et méthylène éther (-CH₂-O-CH₂) [8]. Actuellement, le développement de ces résines a conduit à des applications très différentes, améliorées ou non, plus ou moins chargées, sont les adhésifs les plus utilisés dans l'industrie du bois [9].

DESCRIPTION DE L'INVENTION :

[0006] La présente invention a porté une nouvelle amélioration de la formulation d'adhésifs principalement urée-formol en améliorant leurs propriétés physico-chimiques et mécaniques.

[0007] Le principe de cette nouvelle invention est d'ajouter un additif supplémentaire aux produits de base tel que les déchets de la menthe pour obtenir une formulation collante des contreplaqués (Low-cost) destinés au milieu sec, afin d'améliorer les propriétés des panneaux contreplaqués.

[0008] Compositions de contreplaqué : Le contreplaqué a été composé avec des placages provenant des essences différents, de dimensions suivantes : $2100 \times 1000 \times 4 \text{ mm}^3$. La face et le contre face de contreplaqué ont été réalisés avec un placage d'essence fromager, tandis que l'âme a été réalisée avec un placage d'essence okoumé. Les plis sont placés symétriquement de part et d'autre d'un pli central (âme), ce qui donne un nombre de plis impair (3 plis) et une structure équilibrée.

[0009] Collage : Les placages sont collés à l'aide d'une encolleuse à rouleau, avec un grammage 373 g/m^2 de la formulation collante à base des déchets de la menthe (**FC-MT**) et qui réparti sur les deux faces. Le tableau 2 regroupe les pourcentages des matières premières utilisées pour la synthèse de la formulation collante.

Tableau 2. Pourcentages des constituants de la formulation collante à base des déchets de la menthe.

Constituants	Pourcentage (%)
Résine urée-formol	51,02
Eau	16,33
Charge 1 : Poudre à base d'amidon	22,45
Charge 2 : Déchets de la menthe	4,59
Urée	2,55
Sulfate d'ammonium	3,06
Total	100

La formulation collante est caractérisée par le fait qu'elle est constituée de résine aqueuse (urée-formol) ayant les caractéristiques suivantes : Extrait sec (105°C pdt 3 h) $\approx 65\%$ et viscosité initiale à 20°C $\approx 500 \text{ cP}$. Elle contient le sulfate d'ammonium qui joue le rôle de durcisseur principal, ainsi que l'urée à titre de retardateur. Aussi, des pourcentages importants des déchets de la menthe et d'une autre charge sous forme de poudre à base d'amidon utilisée dans la formulation comme des épaississants. Enfin, un complément en eau à 100% pour dissoudre les constituants du mélange. D'autre part, une formulation collante commercialisée au marché local du bois est utilisée comme une référence (**FC-REF**).

[0010] Pressage : Le pressage a été réalisé à partir des paramètres suivants :

- Un pré-pressage à froid (sous une pression de 15 bars et à une température ambiante).
- Un pressage à chaud (sous une pression de 50 bars et à une température de 98°C pendant 4 min).

[0011] **Caractérisation physico-chimiques de la formulation collante :** Les propriétés physico-chimiques tels que : le pH, la densité, le pourcentage d'extrait sec, la viscosité et la réactivité sont des indications importantes de la qualité de la formulation collante. Le tableau 3 présente l'ensemble des résultats obtenus au cours de cette caractérisation.

Tableau 3. Propriétés physico-chimiques de la formulation collante à base des déchets de la menthe et la formulation collante de référence.

Caractéristiques	FC-MT	FC-REF
pH	6,8	6,7
Densité	1,14	1,14
Pourcentage d'extrait sec (%)	33,16	33,00
Viscosité (cP)	1100	785
Réactivité (s)	45	48

On note que la viscosité de la formulation collante obtenue au cours de ce travail (1100 cP) est supérieure à celle de référence (785 cP) et que la réactivité de ce travail (45 s) est inférieure à celle de référence (48 s), ce qui prouve l'amélioration de la qualité du collage de la formulation élaborée.

[0012] **Détermination des propriétés mécaniques :** Les tests mécaniques utilisés au cours de ce travail sont : la détermination de la résistance au cisaillement et le pourcentage de rupture des panneaux des contreplaqués selon les normes NM 13.6.120 et NM 13.6.121 [4,10].

Chaque éprouvette doit être découpée de telle sorte que le sens du fil de la couche se trouvant entre les plans de collage soumis à essai, soit perpendiculaire à la longueur de l'éprouvette. Par suite, la préparation des éprouvettes et de l'entaillage est effectuée pour permettre l'examen de chaque plan de collage du panneau. Tout de suite, Les éprouvettes de dimensions 4 x 25 x 150 mm³ sont immergées 24h en eau froide.

La machine d'essai en traction, équipée de mors de serrage antidérapants, peut travailler en continu et peut mesurer la charge appliquée avec une précision de $\pm 1\%$.

Avant le traitement par l'eau, nous avons mesuré les longueurs et largeur de la surface de cisaillement à 0,1 mm près. Les essais de cisaillement ont été réalisés sur les éprouvettes humides pouvant être préalablement essuyées. Les éprouvettes sont centrées dans les dispositifs de serrage de sorte que la charge puisse être transmise de la machine d'essai à la surface de cisaillement par l'intermédiaire des extrémités des éprouvettes.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau 4, par conséquent, ces résultats indiquent que la résistance au cisaillement et le pourcentage de rupture du panneau de contreplaqués sont efficaces au cours de l'utilisation de la nouvelle formulation collante à base des déchets de la menthe.

Tableau 4. Propriétés mécaniques de la formulation collante à base des déchets de la menthe et de la formulation collante de référence.

Caractéristiques	FC-MT	FC-REF
Résistance au cisaillement (N/mm ²)	1,02 ± 0,06	0,91 ± 0,05
Pourcentage de rupture cohésive (%)	75	70

[0013] La formulation collante à base des déchets de la menthe selon l'invention permette donc d'améliorer la fabrication des contreplaqués pour les applications intérieures.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES :

- [1] Komsari, H.R. M., « Amélioration des résines urée-formaldéhyde et phénol-formaldéhyde pour le collage des panneaux à base de bois », Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré Nancy I France, 2007.
- [2] Bulian, F. and Graystone, J., « Wood coatings: Theory and practice ». Elsevier, 2009.
- [3] NM 13.6.116 – 2012 : Contreplaqué – Exigences.
- [4] NM 13.6.120 – 2011 : Contreplaqué – Qualité du collage - Méthode d'essai.
- [5] Dunky, M. « Urea-formaldehyde (UF) adhesive resins for wood », International Journal of Adhesion and Adhesives, 18(2), 95-107, 1998.
- [6] Ékila, R.J., « Aspects économiques pour le développement d'adhésifs éco-responsables pour le bois », Maîtrise en Sciences du bois, Université de Laval Québec Canada, 2015.
- [7] Wieland, S., « Utilisation d'adhésifs respectueux de l'environnement pour la fabrication de panneaux dérivés du bois à faible émission de formaldéhyde-caractérisation des paramètres de pressage-évaluation des propriétés des panneaux » Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré Nancy I France, 2007.
- [8] Pizzi, A. « Advanced wood adhesives technology », CRC Press, 1994.
- [9] Pizzi, A., « Recent developments in eco-efficient bio-based adhesives for wood bonding: opportunities and issues », Journal of adhesion science and technology, 20(8), 829-846, 2006.
- [10] NM 13.6.121 - 2011 : Contreplaqué - Qualité du collage - Spécification.

REVENDEICATIONS

- 1) Une nouvelle formulation d'un mélange collant, à base des déchets de la menthe (déchets verts), est caractérisée à ce qu'il soit utilisé pour la fabrication et le collage des contreplaqués.
- 2) Suivant la revendication 1, la formulation collante est caractérisée par le fait que le constituant des déchets de la menthe est une charge de la colle.
- 3) Formulation collante selon les revendications 1 et 2, caractérisée en ce que les déchets de la menthe (déchets verts) utilisés seuls ou combinés en tant qu'une charge avec d'autres matières premières.
- 4) Formulation collante composée des déchets de la menthe (déchets verts) selon les revendications 1 à 3, caractérisée en ce que les déchets de la menthe peuvent être utilisés à un pourcentage compris entre 1% et 50% en poids par rapport au poids total.
- 5) Formulation collante composée des déches de la menthe selon les revendications 1 à 4, caractérisée en ce que la formulation développée peut être utilisée seule, ou/et compostée, ou/et en association avec un autre déchet vert, déchet solide, déchet agricole, plante, algues, micro-organismes, extrait, molécule naturelle ou chimique parmi un extrait ou une fraction de plante, un extrait ou une fraction des algues, un extrait ou une fraction de micro-organismes, un micro-élément.



**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et
complétée par la loi 23-13)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 38998	Date de dépôt : 02/05/2016 ;
Déposant : UNIVERSITE HASSAN II CASABLANCA	
Intitulé de l'invention : NOUVELLE FORMULATION COLLANTE A BASE DES DECHETS DE LA MENTHE POUR LA FABRICATION DES PANNEAUX CONTREPLAQUES.	
Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.	
Les documents cités par l'examinateur dans la partie rapport de recherche sont joints au présent document	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport	
<input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité	
<input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés	
Partie 2 : Rapport de recherche	
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de clarté	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
<input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée	
<input type="checkbox"/> Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention	
Examinateur: M. Bendaoud	Date d'établissement du rapport : 30/08/2016
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	

Partie 1 : Considérations générales		
<i>Cadre 1 : base du présent rapport</i>		
Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :		
<ul style="list-style-type: none"> • <u>Description</u> 5 Pages • <u>Revendications</u> 5 		
Partie 2 : Rapport de recherche		
Classement de l'objet de la demande :		
CIB : C09J 193/00 ; C09J 197/00		
Bases de données électroniques consultées au cours de la recherche :		
EPOQUE, Orbit		
Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
X	WO2007046859; 26/04/2007 ; YULEX CORP [US]	1-3
X	WO2009051605; 23/04/2009; YULEX CORP [US]; GUMBS RONALD W [US]	1-3
A	CN104958881 ; 07/10/2015 ; ZHONGSHAN YIZHAN DECORATION ENGINEERING CO LTD	1-5
*Catégories spéciales de documents cités :		
<p>-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément</p> <p>-« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier</p> <p>-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</p> <p>-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs</p> <p>-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté</p>		

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité*Cadre 4 : Remarques de clarté*

La revendication 1 ne satisfait pas à l'exigence de clarté, car l'objet de la protection demandée n'est pas clairement défini, conformément à l'article 35 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13. Il ressort clairement du tableau 2 et de la description que la formulation de la colle est essentielle à la définition de l'invention. La revendication indépendante 1 ne comporte pas ces caractéristiques et ne satisfait donc pas à l'exigence de clarté, à savoir qu'une revendication indépendante doit contenir toutes les caractéristiques techniques essentielles à la définition de l'invention.

Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Nouveauté (N)	Revendications 4-5	Oui
	Revendications 1-3	Non
Activité inventive (AI)	Revendications 4-5	Oui
	Revendications 1-3	Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-5	Oui
	Revendications aucune	Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : WO2007046859; 26/04/2007 ; YULEX CORP [US]
 D2 : WO2009051605; 23/04/2009; YULEX CORP [US]; GUMBS RONALD W [US]
 D3 : CN104958881 ; 07/10/2015 ; ZHONGSHAN YIZHAN DECORATION ENGINEERING CO LTD

1. Nouveauté (N) :

L'objet de la 1^{ère} revendication manque de nouveauté selon les dispositions de l'article 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13. Le document D1 divulgue des résines à utiliser comme adhésif pour bois, contreplaqué... à base de plantes de type Guayule dont la menthe, les caractéristiques techniques des revendications 1 à 3 sont donc divulguées par D1.

Les revendications 1 à 3 ne remplissent pas les conditions énoncées dans l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Aucun des documents mentionnés ci-dessus ne décrit la formulation revendiquée en 4, d'où l'objet de la revendication 4 est nouveau. Par la suite toutes les revendications dépendantes le sont.

2. Activité inventive (AI) :

Le document D1 qui est considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 décrit un procédé d'extraction, de séparation, de fractionnement et de purification de bio-polymères provenant de matières végétales en utilisant des extractions par solvant supercritique et/ou par solvant sous-critique. Spécifiquement, le procédé peut être utilisé pour la séparation de résines et de caoutchoucs à partir du guayule, notamment la menthe de montagne (*Pycnanthemum incanum*), les résines produites servent d'adhésifs au contreplaqué, par conséquent l'objet de la revendication 4 diffère de D1 par la formulation utilisée.

Le problème que la présente invention se propose de résoudre peut donc être considéré comme fournir une formulation alternative de colle à bois à base de déchet de menthe.

Le document D2 décrit une formulation de bois laminé et parfumé formulé avec des déchets de menthe, or les parts de la menthe dans cette formulation sont très éloignées de la revendication 4 ou le rapport de menthe est important, aucun des documents de l'art antérieur cité ne permet à l'homme du métier d'aboutir à la formulation revendiquée.

Les revendications 4 et 5 impliquent l'activité inventive puisqu'elles sont non évidentes à l'égard de l'art antérieur, conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.