

(11) EP 3 275 610 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

31.01.2018 Bulletin 2018/05

(21) Numéro de dépôt: 17181319.9

(22) Date de dépôt: 13.07.2017

(51) Int Cl.:

B27L 11/06 (2006.01) B07B 4/02 (2006.01) B27L 11/00 (2006.01) D21B 1/02 (2006.01)

(84) Etats contractants désignés:

AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR

Etats d'extension désignés:

BA ME

Etats de validation désignés:

MA MD

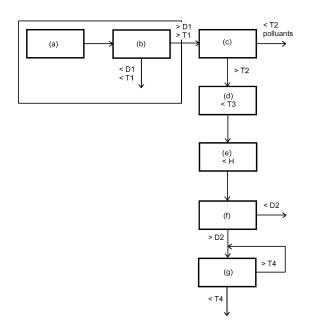
(30) Priorité: 29.07.2016 FR 1657361

- (71) Demandeur: Norske Skog Golbey, SASU 88190 Golbey (FR)
- (72) Inventeur: Klem, Armand 88270 Hennecourt (FR)
- (74) Mandataire: Vièl, Frédérique
 Cabinet Vièl
 9, rue des Jardins
 57520 Grosbliederstroff (FR)

(54) PROCÉDÉ DE FABRICATION DE POUDRE DE NOEUDS DE BOIS ENRICHIE

- (57) L'invention concerne un procédé de fabrication de poudre de noeuds de bois enrichie. Ce procédé comprend les étapes suivantes :
- a) Récupération de plaquettes de bois ;
- b) Tri mécanique des plaquettes de bois et prélèvement de la fraction ayant une densité supérieure à une densité seuil (D1) et/ou une taille supérieure à une de taille seuil (T1);
- c) Tri optique de la fraction de plaquettes prélevée à l'étape b) avec collecte des plaquettes présentant des noeuds ayant une taille supérieure à une taille seuil (T2) dans l'une des dimensions et exemptes de contaminants ;
- d) Broyage des plaquettes collectées à l'étape c) jusqu'à une granulométrie seuil (T3) ;
- e) Séchage du broyat obtenu à l'étape d) jusqu'à ce que son taux d'humidité soit inférieur à un taux d'humidité seuil (H);
- f) Tri par densité du broyat et séparation de la fraction ayant une densité supérieure à une densité seuil (D2) ;
- g) Micronisation de la fraction séparée à l'étape f) pour obtenir une poudre ayant une taille de particules maximale inférieure à une granulométrie seuil (T4).

Figure 1



Description

10

20

30

35

[0001] L'invention concerne un procédé de fabrication de poudre de noeuds de bois enrichie.

[0002] Les noeuds des arbres n'ont pas la même structure ni la même composition chimique que le reste du tronc. Ces noeuds constituent la base des branches située à l'intérieur du tronc. Généralement, les noeuds sont plus compacts et plus denses que le reste du tronc. Les noeuds de certains arbres contiennent des molécules intéressantes pour différentes industries, notamment l'industrie pharmaceutique et l'industrie alimentaire. Ainsi, les noeuds des conifères sont connus pour contenir entre 6 et 29 % de lignanes alors que cette famille de produits est pratiquement absente des parties du tronc éloignées des noeuds. Par contre, les noeuds contiennent moins de cellulose que le reste du tronc, mais plus de substances absorbant la lumière. De plus, leurs fibres sont plus courtes. La présence de noeuds dans les copeaux utilisés pour fabriquer de la pâte à papier rend celle-ci plus fragile et plus foncée de sorte qu'il est difficile d'obtenir un degré de blancheur élevé. L'industrie papetière cherche donc dans la mesure du possible à écarter dès le début du processus de fabrication les plaquettes de bois contenant des noeuds.

[0003] Le document WO 02/09893 A1 présente un procédé pour fabriquer une poudre de noeuds de bois à partir de plaquettes servant de base à l'industrie papetière. Les plaquettes contenant des noeuds sont généralement plus grandes que les autres. Elles sont séparées en passant sur un crible et/ou dans un séparateur aéraulique. Ces plaquettes « surdimensionnées » sont ensuite broyées pour être réduites en copeaux dont les dimensions sont comprises entre 5 et 30 mm de long et 2 à 7 mm d'épaisseur. Les copeaux sont mis à sécher jusqu'à obtenir une teneur en matière sèche d'au moins 85 %. Les copeaux secs sont alors mélangés à de l'eau froide contenue dans une cuve et laissés au repos pendant environ 1,5 minute. Les copeaux contenant des noeuds, d'une densité supérieure à 1, tombent au fond de la cuve, tandis que les copeaux exempts de noeuds, moins denses, restent à la surface. La fraction sédimentée au fond de la cuve est récupérée, séchée et soumise à un procédé d'extraction chimique des lignanes. Les résultats des analyses montrent que la teneur totale en lignanes dans la fraction sédimentée est d'environ 9,7 % et que la fraction sédimentée contient entre 80 et 100 % des lignanes.

[0004] L'objectif de l'invention est d'améliorer la qualité de l'extrait de bois pour obtenir un extrait ayant une teneur importante en lignanes et dont la qualité permette la valorisation dans des domaines comme la pharmacie ou l'alimentaire. [0005] Cet objectif est atteint par le procédé selon l'invention qui prévoit les étapes suivantes :

- a) Récupération de plaquettes de bois ;
- b) Tri mécanique des plaquettes de bois et prélèvement de la fraction ayant une densité supérieure à une densité seuil (D1) et/ou une taille supérieure à une de taille seuil (T1) ;
- c) Tri optique de la fraction de plaquettes prélevée à l'étape b) et collecte des plaquettes présentant des noeuds ayant une taille supérieure à une taille seuil (T2) dans l'une des dimensions et/ou exemptes de contaminants ;
- d) Broyage des plaquettes collectées à l'étape c) jusqu'à une granulométrie seuil (T3) ;
- e) Séchage du broyat obtenu à l'étape d) jusqu'à ce que son taux d'humidité soit inférieur à un taux d'humidité seuil
- f) Tri par densité du broyat et séparation de la fraction ayant une densité supérieure à une densité seuil (D2);
- g) Micronisation de la fraction séparée à l'étape f) pour obtenir une poudre ayant une taille de particules maximale inférieure à une granulométrie seuil (T4).

[0006] Grâce à la poudre de bois obtenue par ce procédé, il est possible d'obtenir des extraits de poudre de bois d'une excellente qualité qui peuvent être utilisés notamment dans le domaine pharmaceutique, agroalimentaire et alimentaire ainsi que dans le domaine de la cosmétique. La législation dans ces domaines limite fortement le type et le pourcentage de solvants pouvant être utilisés lors des phases d'extraction. De plus, certains éléments comme les terpènes ne sont autorisés qu'en très faible quantité dans les extraits issus des noeuds de bois. Il en est de même pour les champignons et les bactéries. Une autre exigence de ce secteur est de ne pas dégrader thermiquement les molécules extraites. Il est important qu'à aucune étape du procédé la température de la matière ne dépasse 40 °C afin d'éviter toute dégradation chimique des molécules contenues dans la poudre.

[0007] À titre d'exemple, la densité seuil (D1) pour l'étape b) peut correspondre à la densité moyenne des plaquettes de bois, laquelle se situe généralement entre 0,7 et 0,9 g/cm³, de préférence entre 0,75 et 0,85 g/cm³.

[0008] La taille seuil (T1) de l'étape b) peut correspondre à la taille seuil définissant le refus de classage pour taille excessive dans l'étape de tri de plaquettes de bois dans un procédé de fabrication de pâte thermomécanique. La taille seuil (T1) peut également être définie par une dimension particulière comme par exemple 35 à 45 mm, de préférence environ 40 mm.

[0009] De préférence, la taille seuil (T2) de l'étape c) vaut 1 cm. Autrement dit, les plaquettes contenant des noeuds ne dépassant pas 1 cm dans l'une de leurs dimensions ne sont pas retenues.

[0010] La granulométrie seuil (T3) retenue pour l'étape d) est de préférence inférieure à 7 mm.

[0011] La densité seuil (D2) retenue pour l'étape f) vaut de préférence 1. En effet, on sait que les noeuds ont une

2

40

45

densité supérieure à 1, tandis que le bois qui entoure les noeuds a une densité proche de 0,9 sur bois humide et 0,7 sur bois sec

[0012] La granulométrie seuil (T4) retenue pour l'étape g) peut s'élever par exemple à 1 mm.

10

20

30

35

40

45

50

55

[0013] Le taux d'humidité seuil (H) de l'étape e) est de préférence inférieur à 15 %, ou mieux inférieur à 12 %.

[0014] Les contaminants éliminés à l'étape c) comprennent notamment des morceaux d'écorce et/ou des plaquettes attaquées par de la moisissure et/ou des champignons et/ou les plaquettes sans noeuds et/ou des éléments de douglas. Il peut arriver que les plaquettes de bois récupérées à l'étape a) contiennent du douglas, ce qui n'est pas souhaitable. Ce bois, de couleur orange foncé, est facile à détecter et à éliminer.

[0015] Toutes ces caractéristiques sont indépendantes les unes des autres et ne sont pas nécessairement toutes remplies.

[0016] L'étape c) de tri optique peut par exemple être effectué au moyen d'un capteur optique et/ou d'un capteur à rayons X.

[0017] Le capteur à rayons X permet de distinguer les plaquettes contenant des noeuds des autres plaquettes, et le tri optique permet d'enlever les éléments de douglas, les écorces et les plaquettes contaminées par les champignons. Tous ces éléments sont écartés lors du tri.

[0018] Lors de l'étape f), le tri par densité peut être effectué à sec à l'aide d'un dispositif de tri par densité à sec, de préférence avec des étages de tri par densité montés en cascade avec un recyclage amont.

[0019] Une table gravimétrique qui fonctionne à l'air avec des étages de tri par densité montés en cascade et un recyclage amont est en effet préférée au tri par densité dans l'eau.

[0020] Les plaquettes de bois récupérées à l'étape a) sont constituées par exemple de plaquettes de scierie, de rondins écorcés puis mis en plaquettes dans une coupeuse ou d'un mélange des deux. Notamment, les plaquettes peuvent être des refus issus de l'étape de tri de plaquettes de bois dans un procédé de fabrication de pâte thermomécanique ou chimique. Ils peuvent également être des refus de scieries ou être issus de la fabrication d'objets en fibres moulées ou de l'industrie des panneaux de bois.

[0021] Les plaquettes de bois de l'étape a) peuvent être constituées d'un mélange de 65 à 85 %, de préférence de 70 à 80 %, de plaquettes de scierie et de 15 à 35 %, de préférence de 20 à 30 % de rondins écorcés et broyés.

[0022] Les plaquettes de bois de l'étape a) sont de préférence des plaquettes d'une ou plusieurs des essences choisies dans le groupe comprenant Abies alba, Picea abies, Betula pendula, Pinus sylvestris, Abies sibirica, Pinus sibirica, Abies balsamea, Thuja occidentalis, Northern white-cedar, Pinus cembra, Pseudotsuga menziesii (douglas), Larix decidua, Picea glauca, Picea mariana, Picea pingens, Abies pectinata, Abies lasiocarpa, Pinus banksiana, Pinus resinosa, Larix lariciana, Larix sibirica, Thuja plicata, Fagus Sylvatica, Populus tremula, Populus tremulus, Tsuga heterophylla, Pinus contorta, and Juniperus virginiana (red cedar), et de préférence des plaquettes de sapin (Abies Alba) et d'épicéa (Picea Abies).

[0023] Le tri mécanique de l'étape b) peut être effectué au moyen d'un tamis à plaquettes. Le tri par densité de l'étape f) peut être effectué au moyen d'un dispositif qui fait vibrer le broyat en soufflant de l'air par dessous, l'air emportant les fractions ayant une densité inférieure à la densité seuil (D2).

[0024] La micronisation de l'étape g) peut être effectuée au moyen d'un broyeur à attrition mettant les particules de broyat en suspension dans l'air et les agitant. Dans ce cas, il est préférable, lors de la micronisation, de maintenir le broyat à une température inférieure ou égale à 40°C, de préférence à l'aide du flux d'air du broyeur à attrition. La micronisation permet d'augmenter mécaniquement la surface spécifique de la matière afin d'augmenter les possibilités d'échange et d'extraction.

[0025] La fraction micronisée à l'étape g) peut être filtrée en passant à travers un tamis de 1 mm, le refus de la filtration par tamis étant de préférence repassé à la micronisation.

[0026] L'invention est décrite ci-dessous plus en détail au moyen de la figure 1 qui montre un schéma de principe du procédé.

[0027] L'objectif du procédé de l'invention est de fabriquer de la poudre de noeuds enrichie. Les noeuds des arbres contiennent des composés phénoliques bioactifs pouvant intéresser différents segments de marché et notamment les industries pharmaceutiques et alimentaires. Ces molécules peuvent être facilement extraites des tissus des noeuds et font donc partie de la famille des «extractibles ». Les molécules contenues dans les « extractibles » dépendent de la nature du bois. On trouve notamment des lignanes dans les noeuds de résineux ou des flavonoïdes dans les noeuds de feuillus.

[0028] Les molécules recherchées se situent surtout dans la partie dense du noeud. Le procédé doit donc permettre de trier les noeuds sains, puis de séparer le coeur du noeud de sa périphérie. Le procédé utilise la différence de densité entre le centre du noeud (supérieure à 1) et le bois normal qui l'entoure qui est d'environ 0,7 pour du bois sec et 0,9 pour le bois humide.

[0029] La première étape, appelée étape a), consiste à se procurer des plaquettes utilisées habituellement pour la fabrication de la pâte à papier. Le papier peut être fabriqué par différents procédés, notamment par un procédé fabriquant de la pâte thermomécanique (TMP) à partir d'un mélange de plaquettes de bois. Ces plaquettes sont généralement

composées pour 75% de plaquette de scierie (coproduit mis en plaquettes) et pour 25% de rondins d'éclaircies de sapin, d'épicéa, et peuvent contenir entre 5 et 10 % de pin douglas. Une fois les rondins écorcés et mis en plaquettes par broyage, ces dernières sont mélangées aux plaquettes provenant de scieries.

[0030] À l'étape suivante, étape b), le mélange est trié mécaniquement afin de prélever la fraction la plus lourde et/ou dont les dimensions sont plus importantes que la masse générale. En effet, les noeuds étant plus denses et plus durs que le reste du bois, ils sont plus difficiles à broyer. Les plaquettes contenant des noeuds sont généralement plus grandes que celles qui contiennent du bois normal. Dans la pratique, cette étape b) fait partie d'une étape préliminaire de la fabrication de la pâte à papier. Dans cette étape préliminaire, le papetier enlève les éléments trop grands, trop gros, anormalement denses et trop petits qui pourraient dégrader la qualité de la pâte et donc celle du papier. Seuls les éléments dont les dimensions sont supérieures à une taille seuil (T1) et/ou dont la densité est supérieure à une densité seuil (D1) sont récupérés pour la fabrication de la poudre selon l'invention. Concrètement, la taille seuil (T1) vaut entre 30 et 50 mm, de préférence entre 35 et 45 mm, et la densité seuil (D1) entre 0,7 et 0,9 g/cm³, de préférence entre 0,75 et 0,85 g/cm³ et idéalement 0,8 g/cm³. C'est dans cette fraction que se trouvent les noeuds. Le classeur qui permet ce tri est incliné et animé d'un mouvement de balancement rotatif (tamis à plaquettes). Il est muni de grilles de séparation. Les particules trop denses comme les noeuds sont séparées des plaquettes normales et rejoignent les éléments trop gros. La proportion de noeuds dans ce refus de classage est d'environ 30%.

[0031] Cette étape b) permet de multiplier par 10 la concentration des noeuds.

30

35

40

45

50

55

[0032] Dans la pratique, les deux premières étapes du procédé sont communes à un procédé de fabrication de pâte à papier. Les plaquettes retenues à la fin de l'étape b) sont constituées par une partie des plaquettes refusées par le papetier. Ceci est schématisé sur la figure 1 par le cadre entourant les deux premières étapes.

[0033] La troisième étape, étape c), consiste en un tri optique des noeuds. Elle permet d'obtenir à la fin du procédé une poudre plus concentrée en noeuds et la moins polluée possible par d'autres éléments.

[0034] Les plaquettes préalablement prélevées à l'étape b) sont disposées sur un tapis et soumises à un tri permettant de sélectionner les plaquettes contenant des noeuds corrects. Un noeud correct est un noeud de sapin ou d'épicéa ayant une taille minimum (T2) dans l'une de ses dimensions et qui est exempt de moisissure ou d'attaque de champignons. Généralement, on retient les noeuds ayant au moins 1 cm de long dans l'une de leurs dimensions. En effet, on trouve parmi les plaquettes sortant de l'étape b) des éléments de douglas, des plaquettes attaquées par le bleu (champignon) ou la moisissure, des morceaux d'écorce et bien sûr une quantité importante de plaquettes sans noeud qui ne contiennent que très peu de produits actifs intéressants.

[0035] Les plaquettes ne contenant pas de noeud font baisser la concentration en produits actifs dans la poudre finale. Les plaquettes bleues, les moisissures et les écorces altèrent la qualité de la poudre.

[0036] La quatrième étape, l'étape d), consiste à broyer les plaquettes collectées à l'étape c) jusqu'à obtenir une granulométrie seuil (T3), généralement fixée entre 6 et 8 mm, de préférence environ 7 mm. Les noeuds sont broyés par exemple dans un broyeur équipé d'un rotor muni de couteaux et d'une grille calibrée. Cette étape permet d'homogénéiser la taille de la matière première, de découper en éléments de coeur de noeud et d'autres éléments de bois normal. Elle permet également de sécher plus rapidement les noeuds broyés.

[0037] Il est prévu dans le cadre de l'invention, dans une étape e), de sécher le broyat obtenu à la sortie de l'étape d) jusqu'à ce que son taux d'humidité soit inférieur à un taux d'humidité seuil (H). En enlevant l'humidité, la différence de densité des particules de coeur de noeuds par rapport aux particules de bois simple est augmentée. En effet, la densité des noeuds est dans tous les cas supérieure à 1, tandis que la densité du bois simple s'élève à environ 0,9 pour le bois humide et à seulement 0,7 pour le bois sec. Cette différence de densités plus importante facilitera l'étape suivante consistant en un tri par densité. Le séchage permet également de faciliter la mise en poudre ultérieure et il évite la dégradation de la matière en la stabilisant. Le taux d'humidité seuil est de préférence fixé à 15 %, voire à 12 % ou moins. [0038] Après le broyage de l'étape d), et le séchage de l'étape e), la densité du coeur de noeuds est bien plus importante que celle du bois normal. Le tri par densité permet de séparer les éléments lourds (coeur de noeuds) des éléments légers (bois ou tour de noeud). La machine fait vibrer le mélange en soufflant de l'air par le dessous ce qui va provoquer la séparation. Les composants ayant une densité supérieure à une valeur seuil (D2) sont séparés des autres. Généralement, cette densité seuil (D2) est fixée à 1. L'avantage de ce procédé de tri pneumatique par densité réside dans le fait que le broyat n'est pas humidifié à nouveau comme c'est le cas lors du tri par sédimentation dans une cuve d'eau. Les étapes d), e) et f) permettent d'enrichir la poudre finale en multipliant par 5 la concentration en molécules d'intérêt. [0039] Afin de faciliter l'extraction chimique des molécules intéressantes contenues dans la poudre de bois ainsi obtenue, il est préférable de microniser le broyat pour passer d'une granulométrie (T3) à une granulométrie inférieure à une valeur seuil (T4). Pour cela, la fraction de broyat séparée à l'étape f) est soumise à une étape de micronisation en vue d'augmenter la surface spécifique d'extraction. L'appareil utilisé peut être un broyeur par attrition qui permet de réduire la matière en poudre. Les particules sont mises en suspension dans l'air et en agitation afin qu'elles se frictionnent et qu'elles se fragmentent en poudre. Le flux d'air important permet de maintenir une température maximale à 40°C ce qui préserve la qualité des molécules à extraire. Après séparation de l'air dans un filtre à manches, la poudre est filtrée en passant à travers un tamis de 1 mm, les refus étant recyclés en tête de micronisation. La granulométrie seuil (T4)

est de 2 mm, de préférence 1,5 mm et idéalement 1 mm (par exemple dans le cas de l'exemple retenu ici).

[0040] Toutes ces étapes sont accompagnées de contrôle qualité et d'un suivi du produit tout au long de sa transformation.

[0041] Une étude a été réalisée pour montrer l'importance des différentes étapes. Cette étude est résumée dans le tableau ci-dessous :

Échantillon	Tri manuel nœuds	Broyage grossier	Séchage	Tri gravimétrique	Micronisation	Tri taille inférieure à 1mm	Taux d'extrait sur bois sec (Éthanol 15% ,Eau 85%)
1	0	Х	0	X	X	X	1,20%
2	X	X	0	Х	Х	X	4,20%
3	Х	Х	Х	Х	Х	Х	5,60%

20 [0042] Ces résultats montrent que le tri préalable des plaquettes et le séchage avant le tri gravimétrique sont particulièrement importants.

[0043] Tous les seuils cités dans cette description n'ont qu'une valeur d'exemple. Ils sont indépendants les uns des autres.

Revendications

5

10

15

25

30

35

40

45

50

- 1. Procédé de fabrication de poudre de noeuds de bois enrichie comprenant les étapes suivantes :
 - a) Récupération de plaquettes de bois ;
 - b) Tri mécanique des plaquettes de bois et prélèvement de la fraction ayant une densité supérieure à une densité seuil (D1) et/ou une taille supérieure à une de taille seuil (T1);
 - c) Tri optique de la fraction de plaquettes prélevée à l'étape b) avec collecte des plaquettes présentant des noeuds ayant une taille supérieure à une taille seuil (T2) dans l'une des dimensions et exemptes de contaminants ;
 - d) Broyage des plaquettes collectées à l'étape c) jusqu'à une granulométrie seuil (T3) ;
 - e) Séchage du broyat obtenu à l'étape d) jusqu'à ce que son taux d'humidité soit inférieur à un taux d'humidité seuil (H) :
 - f) Tri par densité du broyat et séparation de la fraction ayant une densité supérieure à une densité seuil (D2); g) Micronisation de la fraction séparée à l'étape f) pour obtenir une poudre ayant une taille de particules maximale inférieure à une granulométrie seuil (T4).
- 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que
 - la densité seuil (D1) pour l'étape b) correspond à la densité moyenne des plaquettes de bois et se situe entre 0,7 et 0,9 g/cm³, de préférence entre 0,75 et 0,85 g/cm³ ; et/ou
 - la taille seuil (T1) de l'étape b) correspond à la taille seuil définissant le refus de classage pour taille excessive dans l'étape de tri de plaquettes de bois dans un procédé de fabrication de pâte thermomécanique et/ou la taille seuil (T1) vaut 35 à 45 mm, de préférence environ 40 mm; et/ou
 - la taille seuil (T2) de l'étape c) vaut 1 cm ; et/ou
 - la densité seuil (D2) de l'étape f) vaut 1 ; et/ou
 - la granulométrie seuil (T4) de l'étape g) s'élève à 1 mm et/ou
 - le taux d'humidité seuil (H) de l'étape e) est inférieur à 15 %, de préférence inférieur à 12 % ; et/ou
 - les contaminants éliminés à l'étape c) comprennent notamment des morceaux d'écorce et/ou des plaquettes attaquées par de la moisissure et/ou des champignons et/ou les plaquettes sans noeuds et/ou des éléments de douglas.
- 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape c) de tri optique est effectuée au moyen d'un

capteur optique et/ou d'un capteur à rayons X.

- **4.** Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** lors de l'étape f), le tri par densité est effectué à sec à l'aide d'un dispositif de tri par densité à sec, de préférence avec des étages de tri par densité montés en cascade avec un recyclage amont.
- 5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les plaquettes de bois de l'étape a) sont des plaquettes de scierie, des rondins écorcés et broyés ou un mélange des deux, notamment sont des refus issus de l'étape de tri de plaquettes de bois dans un procédé de fabrication de papier thermomécanique.
- **6.** Procédé selon la revendication 5, **caractérisé en ce que** les plaquettes de bois de l'étape a) sont un mélange de 65 à 85 %, de préférence de 70 à 80 %, de plaquettes de scierie et de 15 à 35 %, de préférence de 20 à 30 % de rondins écorcés et broyés.
- 7. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** les plaquettes de bois de l'étape a) sont des plaquettes de sapin, d'épicéa et/ou de pin douglas.
 - **8.** Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le tri mécanique de l'étape b) est effectué au moyen d'un tamis à plaquettes.
 - 9. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le tri par densité de l'étape f) est effectué au moyen d'un dispositif qui fait vibrer le broyat en soufflant de l'air par dessous, l'air emportant les fractions ayant une densité inférieure à la densité seuil (D2).
- 25 **10.** Procédé selon l'une des revendications précédentes **caractérisé en ce que** la micronisation de l'étape g) est effectuée au moyen d'un broyeur à attrition mettant les particules de broyat en suspension dans l'air et en agitation.
 - **11.** Procédé selon la revendication 10, **caractérisé en ce que** le broyat lors de la micronisation est maintenu à une température inférieure ou égale à 40°C, de préférence à l'aide du flux d'air du broyeur à attrition.
 - **12.** Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'**à l'étape g) la fraction micronisée est filtrée en passant à travers un tamis de 1 mm.
- **13.** Procédé selon la revendication 12, **caractérisé en ce que** le refus de la filtration par tamis lors de l'étape g) est repassé à la micronisation.

6

10

5

20

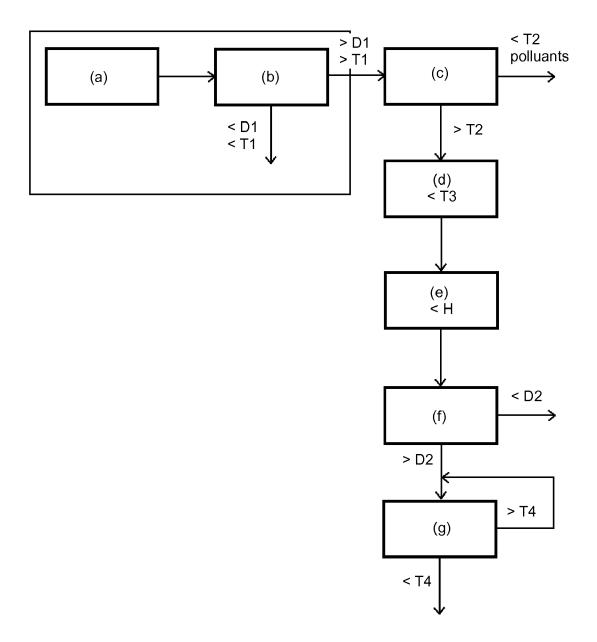
30

40

45

50

Figure 1





RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande EP 17 18 1319

5

	DC	OCUMENTS CONSIDER				
	Catégorie	Citation du document avec des parties pertin	indication, en cas de besoin, entes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)	
10	Х	US 2006/278353 A1 (14 décembre 2006 (2		1,3,4, 6-8, 10-13	INV. B27L11/06 B27L11/00	
15	Y	* abrégé * * figures * * alinéa [0004] * * alinéa [0009] * * alinéa [0038] * * alinéa [0039] - a	linéa [0040] *	9	B07B4/02 D21B1/02	
20	Х	US 2004/057551 A1 (AL) 25 mars 2004 (2 * le document en en		ET 1		
25	A	WO 92/03267 A1 (WIM 5 mars 1992 (1992-0 * le document en en	3-05)	1		
	Y A	AL) 25 avril 1995 (* abrégé *	LAGUS JOSEPH B [US] 1995-04-25)	ET 9 1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)	
30		* figures *			B27L B07B D21B	
35						
40						
45						
1	Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications					
50 §	Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche		Examinateur	
(P04C	La Haye CATEGORIE DES DOCUMENTS CITE		27 novembre 2		Hamel, Pascal	
50 (605404) 48 80 803 FM MBOH O GH	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 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 antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D: cité dans la demande L: cité pour d'autres raisons **Embre de la même famille, document correspondant					

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

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EP 17 18 1319

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 members 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.

27-11-2017

	Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
	US 2006278353	A1	14-12-2006	AUCUN	
	US 2004057551	A1	25-03-2004	AUCUN	
	WO 9203267	A1	05-03-1992	SE 466897 B WO 9203267 A1	27-04-1992 05-03-1992
	US 5409118	A	25-04-1995	AU 2371595 A CA 2199834 A1 EP 0781171 A1 JP H09510660 A US 5409118 A WO 9608321 A1	29-03-1996 21-03-1996 02-07-1997 28-10-1997 25-04-1995 21-03-1996
					
EPO FORM P0460					
EPO					

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

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

• WO 0209893 A1 [0003]