

00



Industria y Comercio

S U P E R I N T E N D E N C I A

Delegatura de propiedad Industrial

División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

06-11890

21. EXPEDIENTE No.

54. TÍTULO

COMPUESTO ADHESIVO QUE CONTIENE UNA MEZCLA A BASE DE

ALMIDON DE LEGUMINOSAS

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL

71. SOLICITANTE

ROQUETTE FRERES

DOMICILIO

LESTREM, FRANCIA

74. APODERADO

EMILIO FERRERO

C.C. 438,019 de Usáquén

22. BOGOTÁ, D. C.,



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

PETITORIO

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicación : 85011890 00000000 Folios: 43
Fecha (DD): 2005-02-07 17:49:56
Trámite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE**SOLICITUD DE:****1**☒ Patente de Invención.☐ Patente de Modelo de Utilidad.**2****SOLICITANTE
(71)**

Nombre: **ROQUETTE FRERES**
sociedad constituida y existente bajo las
leyes Francia

Dirección: 62136 Lestrem
Francia

Nacionalidad o Domicilio: Lestrem, Francia
Lugar de Constitución: Francia

Teléfono: 347 36 11 Fax: 217 92 11
E-mail: clientes@camyp.com

IDENTIFICACIÓN

C.C.

☐

NIT

☐

C.E.

☐

Otro

☐

Cual

Número

3**REPRESENTANTE
O APODERADO**

Nombre: **EMILIO FERRERO**
Dirección: **Carrera 4ª. No. 72-35**
Teléfono: **347 36 11**
Fax: **217 92 11**
E-mail: clientes@camyp.com
Domicilio: **Bogotá, Colombia.**

IDENTIFICACIÓN

C.C.

☒

NIT

☐

C.E.

☐

Otro

☐

Cual

Número **438.019** T.P **31.929****4****INVENTOR (ES)
(72)****1. Nombre: Régis HOUZE**

Dirección: 3 Chemin Madame
59551 Tourmignies
Francia

Nacionalidad o Domicilio: Francia

2. Nombre: Thierry LEROY

Dirección: 1797 rue Deffle
62136 Lestrem
Francia

Nacionalidad o Domicilio: Francia

3. Nombre: Hervé GOMBERT

Dirección: 476 rue Froide
62232 Hinges
Francia

Nacionalidad o Domicilio: Francia

4. Nombre: Pascal CORRIETTE

Dirección: 917 rue de Calonne
62350 Robecq
Francia

Nacionalidad o Domicilio: Francia

5**Título (54)**

**COMPUESTO ADHESIVO QUE CONTIENE UNA MEZCLA A BASE
DE ALMIDON DE LEGUMINOSAS**

6**Clasificación Internacional (51) C08L 1/00****7****Prioridad**SI ☒ NO ☐**(33) País de Origen****FR****(32) Fecha****07/02/2005****(31) Número de Solicitud****FR 0501215**

8

Para publicar a partir de la fecha de la presente solicitud a los:6 meses ☐12 meses ☐18 meses ☒Otro ☐

Cual _____

9

Comprobante de pago No.: 06-7,51606-1,849**Fecha:** 30 de enero de 200610^{ra} de enero de 2006

10

Anexos:☒

Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud por \$ 463.000.00.

☐

Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.

☒

Comprobante de pago por reivindicación de prioridad.

☐

Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.

☐

Poderes, si fuere el caso.

☒

Certificado de la fecha de presentación de la solicitud prioridad expedida por la autoridad correspondiente y una copia certificada de la primera solicitud si se reivindica prioridad.

☒

Traducción simple de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.

☐

Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.

☒

Resumen

☒

Descripción de la invención.

☒

Una o más reivindicaciones.

☐

Dibujos y/o planos necesarios

☐

De ser el caso, copia del contrato de acceso.

☐

De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.

☐

De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.

☐

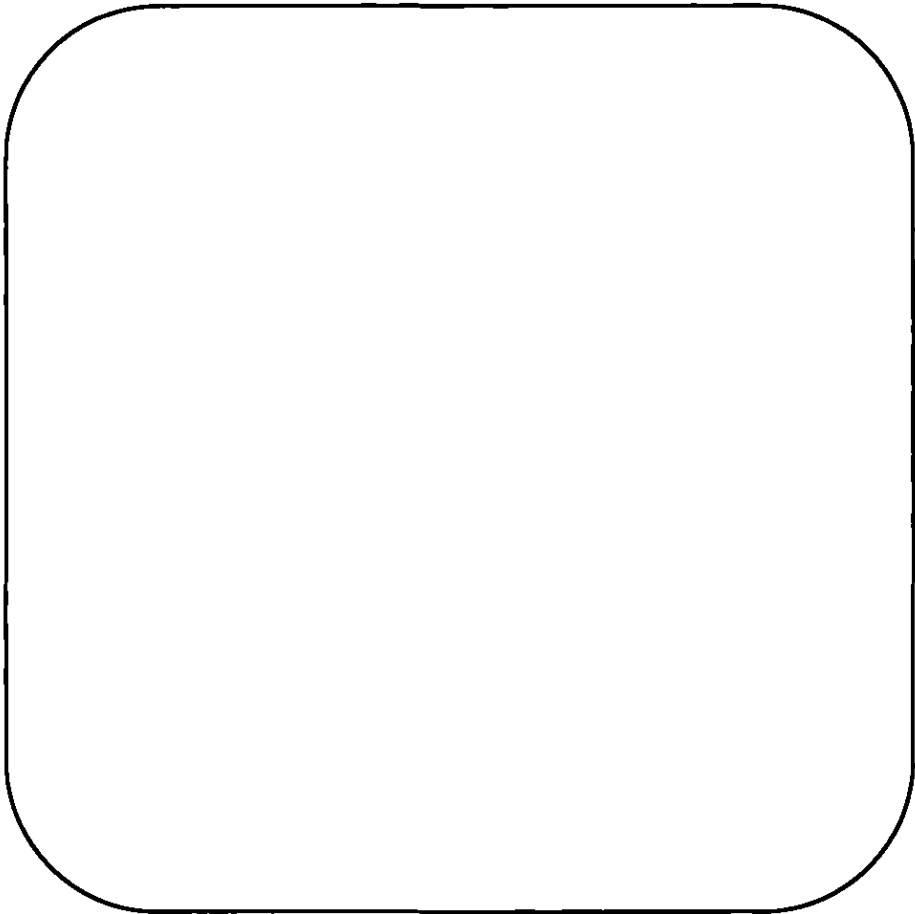
Arte final 12x12

☐

De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.

11

FIGURA CARACTERÍSTICA



12

Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE: EMILIO FERRERO

FIRMA : 

C.C. 438.019 de Usaquén T.P. 31.929

Instrucciones para la presentación de los anexos, ver reverso de esta página

00 ZCA

**COMPOSITION ADHESIVE AQUEUSE CONTENANT UN PRODUIT DE
MELANGE A BASE D'AMIDON DE LEGUMINEUSES**

L'invention concerne une composition adhésive, aqueuse
5 contenant, en tout ou partie, un produit de mélange
comprenant au moins un amidon de légumineuses et au moins
un amidon issu de céréales et / ou de tubercules, destinée
à l'assemblage de cartons ondulés.

Elle concerne plus particulièrement une composition
10 adhésive aqueuse présentant une partie primaire, constituée
essentiellement d'amidon(s) gélatinisé(s) et / ou
gonflé(s), et une partie secondaire, constituée
essentiellement d'amidon(s) non gélatinisé(s) et / ou
d'amidon(s) gonflé(s).

15 Elle concerne, plus précisément, une composition
adhésive aqueuse destinée à l'assemblage de cartons
ondulés, dont la partie secondaire est élaborée à partir
d'un produit de mélange comportant au moins un amidon de
légumineuses et au moins un amidon issu de céréales et / ou
20 de tubercules.

Dans ce cas, la partie primaire peut être élaborée à
partir d'un seul amidon, notamment de pois, mais peut
l'être aussi à partir d'un produit de mélange comportant au
moins un amidon de légumineuses et au moins un amidon issu
25 de céréales et / ou de tubercules, notamment à partir du
même mélange que celui participant à la partie secondaire.

Elle vise aussi un procédé de préparation de carton
ondulé faisant appel à une composition selon l'invention
comprenant un produit de mélange tel que défini dans sa
30 partie secondaire et, facultativement, dans sa partie
primaire.

Elle concerne encore le carton ondulé obtenu par les
moyens selon l'invention.

La présente invention concerne un produit de mélange d'au moins un amidon de légumineuses et d'au moins un amidon issu de céréales et / ou de tubercules, et son utilisation pour l'élaboration de la partie secondaire et, 5 facultativement, pour la confection de la partie primaire d'une composition selon l'invention.

Par « légumineuses » au sens de la présente invention, on entend plus particulièrement la famille des papilionacées, dont les représentants les plus importants 10 sont le haricot, le pois, la lentille, la fève, la luzerne, le trèfle, le lupin.

Par « amidon de légumineuses » au sens de la présente invention, on entend les amidons extraits de légumineuses et, en particulier, de pois, présentant notamment une 15 richesse en amidon élevée, en particulier, supérieure à 90% (sec/sec), parallèlement à une teneur très faible, avantageusement inférieure à 1% (sec/sec) en matières colloïdales et en résidus fibreux.

De manière préférentielle, la richesse en amidon est 20 supérieure à 95%, de préférence encore, supérieure à 98% (sec/sec).

Parallèlement, la teneur en protéines est inférieure à 1%, de préférence, inférieure à 0,5%, préférentiellement encore, comprise entre 0,1 et 0,35% (sec/sec).

25 Par « composition adhésive aqueuse » au sens de la présente invention, on entend toute composition adhésive aqueuse, destinée notamment à la confection de cartons ondulés, comportant une partie d'amidon(s) solubilisé(s) et / ou gonflé(s), dite support ou partie primaire, présentant 30 des propriétés suspensives suffisantes, notamment vis-à-vis d'amidon granulaire, et une partie d'amidon(s) non solubilisé(s) et / ou seulement hydraté(s), c'est-à-dire se trouvant à l'état de granules insolubles et / ou de

granules au moins partiellement gonflés, aussi appelée partie secondaire.

De telles compositions faisant appel, en partie secondaire, à un amidon à l'état de granules insolubles, 5 sont souvent élaborées selon les principes connus de l'homme de l'art sous le nom de « procédé Stein-Hall ».

En vertu des règles inhérentes à ce procédé ou à d'autres qui lui sont voisins, comme le procédé dit « MINOCAR » (brevet européen EP 0 038 627), on associe, 10 dans un premier temps, au moins un amidon, de l'eau et un agent alcalin.

Le chauffage de cet ensemble, modéré en cuve ouverte ou vif, à la vapeur ou au moyen d'un cuiseur continu, permet d'obtenir un simple épaissement ou de parvenir à 15 une solution colloïdale alcaline présentant des caractéristiques, notamment rhéologiques et de capacité de maintien en suspension de particules insolubles et / ou seulement hydratées, adaptées.

Cette procédure constitue un mode de préparation de 20 la partie dite « primaire » ou « support ».

Selon d'autres règles suivies pour ces procédés, on prépare, à la température d'alimentation de l'eau, une dispersion rassemblant au moins eau et un ou plusieurs amidons à l'état granulaire. Le plus souvent, on leur 25 associe un dérivé du bore, couramment, le borax. Le lait obtenu forme la partie « secondaire ».

On procède à un mélange soigneux des parties primaire et secondaire selon diverses modalités, continues ou discontinues.

30 Selon une variante, il est possible d'ajouter à la partie primaire, successivement, eau, amidon(s) granulaire(s) et, le plus souvent, le borax.

Selon une autre variante encore, il est possible de procéder à l'élaboration d'un produit prêt à l'emploi, sous

forme de composition commerciale sèche, c'est-à-dire exempte d'eau autre que l'eau de constitution de ses composants, pour laquelle il suffit d'une simple dispersion dans l'eau pour obtenir une composition selon l'invention.

5 Ladite composition pré-formulée comprend une matière amylacée pré-gélatinisée, issue d'un amidon de légumineuses, d'un amidon de tubercules, d'un amidon de céréales ou d'un de leurs mélanges.

10 Elle comprend aussi une matière amylacée à l'état de granules insolubles et / ou gonflés, susceptible de constituer la partie secondaire et qui est élaborée à partir d'un produit de mélange comportant au moins un amidon de légumineuses et au moins un amidon issu de céréales et / ou de tubercules.

15 Elle comprend encore une partie minérale susceptible de générer dans l'eau, l'alcalinité recherchée. Il peut s'agir, par exemple, d'un mélange de carbonate de sodium et de chaux éteinte.

20 Elle comprend enfin, la plupart du temps, un agent porteur de bore tel que le borax.

Il demeure bien entendu que la composition pré-formulée peut, par exemple, ne contenir que la partie pré-gélatinisée et la partie granulaire et / ou pré-gonflée. Dans ce cas, agent alcalin et borax sont ajoutés à l'eau ou
25 à la dispersion de la composition dans l'eau.

Ces procédés conduisent à des compositions aqueuses adhésives dont l'extrait sec final, paramètre essentiel, varie, couramment, entre 20 et plus de 30%.

30 Un autre procédé, comportant une partie primaire comprenant au moins un amidon solubilisé, et une partie secondaire constituée d'au moins un amidon sous forme de granules, est connu sous le nom de « PRISTIM® » (brevet européen EP 0 229 741, au nom de la Demanderesse).

Dans le cadre de ce procédé, la partie primaire est préparée par augmentation sensible de la température, sans qu'il y ait intervention d'un agent alcalin.

Dans certains cas, toutefois, on maintient une très
5 faible dose dudit agent alcalin, notamment, pour réduire et ajuster la température nécessaire à la gélatinisation.

Quelles que soient les modalités choisies, pour accéder aux parties primaire et secondaire, l'évolution technologique des matériels a conduit l'homme de l'art à
10 s'orienter souvent vers des compositions adhésives aqueuses présentant des extraits secs élevés, élaborées, le plus souvent, à partir d'amidons de céréales et / ou de tubercules.

Une telle démarche offre l'intérêt de diminuer la
15 quantité d'eau à évaporer et de parvenir à un bilan calorique plus favorable mais apparaît, malgré tout, insuffisante.

Une autre solution consiste à utiliser la fécule de pomme de terre, modifiée ou non. Toutefois, la fécule de
20 pomme de terre, solubilisée ou seulement gonflée, ne possède pas, aux extraits secs considérés, qu'elle soit modifiée ou non, une capacité suffisante de maintien en suspension des granules d'amidon de la partie secondaire, quelle qu'en soit la nature, notamment s'il s'agit de
25 fécule de pomme de terre.

De ce seul fait, il découle qu'il est impératif de prévoir, pour la partie primaire ou support, la présence d'une matière amylacée autre que celles issues de fécule de pomme de terre, par exemple, un amidon de pois. Cet aspect
30 a pour conséquence directe la nécessité, pour de telles compositions, de la fourniture d'au moins deux matières amylacées différentes ce qui, dans le cadre des installations actuelles de réception et de préparation,

notamment continue, peut constituer un inconvénient majeur à leur utilisation.

Une autre possibilité est offerte par des compositions élaborées à partir d'amidon de légumineuses. En effet, parmi les diverses sources de matières amylacées, celles constituées par les amidons de légumineuses, notamment de pois, peuvent être considérées comme facilement accessibles dans de bonnes conditions, en particulier, économiques.

La proposition correspondante, décrite dans la demande de brevet internationale WO 2004/044082, déposée au nom de la demanderesse n'offre pas toujours, pour intéressante qu'elle soit, toutes les garanties de réponse pleinement satisfaisante à toutes les exigences élevées présentées par les matériels modernes, notamment, du point de vue de l'énergie nécessaire au collage.

L'intervention d'un amidon de légumineuses, l'amidon de pois notamment, y est considérée comme primordiale et essentielle pour la mise en place de compositions qui puissent satisfaire à toutes les exigences présentées par les matériels modernes, notamment en termes de facilité d'approvisionnement, de mise en œuvre autant qu'en termes de rhéologie et de performances.

Toutefois, l'invention, telle que décrite, recèle des insuffisances plus ou moins graves, jusqu'à être, dans certains cas, tout à fait rédhibitoires.

Par exemple, si les avantages soulignés sont indéniables, du point de vue de la rhéologie notamment, lors de préparations selon le procédé « Stein-Hall », les compositions élaborées sur l'amidon de légumineuses seul ou à partir de mélanges très riches en cet amidon, ne peuvent pas convenir lorsqu'elles sont préparées selon le procédé « MINOCAR ».

En effet, le mode de préparation propre à ce procédé conduit à des compositions qui présentent des textures particulièrement courtes, rédhibitoires et qu'il est tout à fait impossible d'utiliser sur machine. La résolution de ce
5 problème de texture inadaptée réside en une diminution sensible du dosage du dérivé de bore, en général, le borax, laquelle se révèle très néfaste aux propriétés de collage.

De même, des compositions élaborées à partir de l'amidon de légumineuses seul ou à partir de mélanges très
10 riches en cet amidon, ne présentent pas toutes les garanties requises, notamment en termes de stabilité de leur viscosité et du maintien de leur texture lorsqu'elles sont préparées selon le procédé « PRISTIM ».

En regard, il convient de souligner que l'homme de
15 l'art tend à présenter des cahiers des charges et des exigences plus lourdes encore, auxquelles ladite demande ne répond pas.

En effet et en tout premier lieu, l'homme de l'art est à la recherche de solutions satisfaisantes sur le plan
20 technique, quel que soit, en particulier, le profil de sa machine. Ses exigences s'expriment notamment en termes de vitesse de machine, mais aussi, au-delà, en termes de coûts énergétiques qui devront être les plus faibles, tant du point de vue de l'alimentation de la matière
25 cellulosique et de son éventuel préchauffage que pour le collage de micro-cannelures et de nano-cannelures (par exemple, de type G, N, O ou autres) ou de cartons lourds.

Sous ces aspects, l'augmentation de la matière sèche de la composition ou la diminution du point de
30 gélatinisation, si tant est qu'elle puisse être compatible avec une bonne marche de la machine, liée à l'absence d'épaississements indésirables de la colle, ne constituent que des solutions partielles et insuffisantes, notamment,

lorsque ladite composition comprend essentiellement de l'amidon de pois, en partie primaire et / ou secondaire.

Sa richesse en amylose, notamment, peut générer, que ce soit à l'alimentation des papiers ou à leur collage, une
5 dépense énergétique que l'homme de l'art n'accepte pas.

En outre, il a été constaté, ces dernières années, d'un point de vue purement technique, que les températures appliquées sur les tables chauffantes de la machine, qui permettent la gélatinisation de l'amidon de la partie
10 secondaire de la composition adhésive, sont de la plus haute importance.

Trop élevées, elles provoquent des problèmes de collage, notamment limité exagérément à la surface du papier et le carton devenant alors cassant.

15 Ces observations ont conduit à envisager la réduction des capacités de chauffage desdites tables chauffantes, laquelle satisfait aussi l'homme de l'art dans son souci de réduction de la dépense énergétique.

Ces réflexions revêtent une importance d'autant plus grande qu'on peut constater que, sur certaines machines, les profils de chauffage sont sensiblement réduits, voire
20 extrêmement réduits, et nécessitent de nouvelles approches de formulations des compositions utilisées.

En effet, l'apport de vapeur peut être réalisé, dans
25 certains cas, sous pression faible, par exemple, limitée à 2 bars maximum, voire très faible, sur des tables éventuellement qualifiées de froides.

De telles conditions rendent l'homme de l'art de plus en plus exigeant sur ces aspects thermiques. Il souhaite
30 bien sûr, parallèlement, maintenir les vitesses de machine à leur plus haut niveau, répondant ainsi aux critères de productivité et de rentabilité.

De ce point de vue, les enseignements produits dans la demande de brevet internationale WO 2004/044082 ne

permettent pas de répondre à toutes ces questions. Ils y répondent d'autant moins que la composition amenée sur machine se trouve à plus basse température.

En particulier, le taux d'amylose relativement élevé
5 de l'amidon de pois, notamment, est susceptible, dans bon nombre de cas, de constituer un handicap dans la mesure où il peut avoir pour conséquence une demande énergétique exagérée, voire rédhibitoire.

Cet aspect est susceptible d'être d'autant plus
10 affirmé que le carton est lourd et qu'il comporte un nombre élevé de collages réalisés, de par le fait de la géométrie du carton produit, à distance des tables de la machine.

L'ensemble des contraintes examinées conduit à considérer que de nouveaux perfectionnements sont
15 nécessaires et qu'il existe bien un besoin réel à poursuivre plus avant et à maîtriser davantage les conditions d'utilisation des amidons de légumineuses.

C'est ainsi qu'il est du mérite de la Demanderesse que d'avoir pu observer, à la suite de nombreux nouveaux
20 travaux entrepris sur les bases de l'utilisation des amidons de légumineuses, et notamment de l'amidon de pois, qu'il existait des solutions particulières présentant un très grand intérêt pour la réalisation de joints de colle sur les matériels les plus performants et les plus
25 élaborés, en particulier dans le cadre de productions particulièrement économiques, notamment pour la confection de cartons lourds et le collage de micro-cannelures.

En effet, elle a pu s'apercevoir que des mélanges binaires, d'amidon de légumineuses, en particulier, de
30 pois, et d'amidon de tubercules, notamment, de fécule de pomme de terre ou de manioc, se révélaient tout à fait intéressants, en particulier, sur le strict plan de la demande énergétique et / ou de la température nécessaire au début de la gélatinisation dudit mélange mais aussi, bien

entendu, dans le cadre du respect de l'ensemble de tous les autres critères, nécessaire à l'homme de l'art, de simplicité quant au nombre de matières à mettre en œuvre, de coût, d'approvisionnement, tant que de performances.

5 De même, certains autres mélanges binaires, d'amidon de légumineuses, en particulier, de pois, et d'amidon de céréales, notamment d'amidon de maïs ou de blé, présentaient, eux aussi, un intérêt indéniable en termes de dépense énergétique, en toute compatibilité avec l'ensemble
10 des autres exigences.

Il découle de l'ensemble des observations que des mélanges, qualifiés de « ternaires », comprenant à la fois, amidon(s) de légumineuses, amidon(s) de tubercules et amidon(s) de céréales présentent des avantages similaires.

15 Ces aspects sont d'autant plus surprenants et inattendus que, pris séparément, les amidons de légumineuses, de tubercules et de céréales ne présentent pas ces avantages.

En d'autres termes, la présente invention concerne
20 une composition adhésive aqueuse, destinée au collage du carton ondulé et comportant des parties dites primaire et secondaire, caractérisée en ce que la partie secondaire, constituée d'amidons non gélatinisés et / ou d'amidons gonflés, comprend essentiellement un produit de mélange
25 d'amidon(s) de légumineuses et d'amidon(s) de céréales et / ou de tubercules tel que le ratio entre amidon de légumineuses et amidon de céréales et / ou de tubercules est compris entre 30/70 et 90/10, de préférence compris entre 40/60 et 80/20, de préférence encore, compris entre
30 45/55 et 75/25.

Selon une variante particulière, la présente invention concerne une composition adhésive aqueuse qui est, en outre, caractérisée en ce que la partie primaire, constituée d'amidons gélatinisés et / ou gonflés comprend,

elle aussi, et essentiellement, un produit de mélange d'amidon(s) de légumineuses et d'amidon(s) de céréales et / ou de tubercules tel que le ratio entre amidon de légumineuses et amidon de céréales et / ou de tubercules
5 est compris entre 30/70 et 90/10, de préférence compris entre 40/60 et 80/20, de préférence encore, compris entre 45/55 et 75/25.

La présente invention concerne ainsi, notamment, tout procédé d'élaboration de composition présentant une partie
10 primaire, tel qu'exposé précédemment, de type « Stein-Hall », « Minocar », « Pristim » ou tout produit sous forme de composition commerciale sèche.

La Demanderesse insiste aussi sur le fait que la conception même de mélanges permet de faire appel à tout
15 moyen adapté, qu'il s'agisse de mélangeurs de poudre, au fonctionnement continu ou discontinu, de réacteurs thermiques, en phase sèche (mélangeurs « VOMM ») ou en phase lait (technique dite d'« annealing », par exemple) ou de réacteurs thermomécaniques (extrudeurs « simple vis »
20 ou « double vis », par exemple).

Ces possibilités de mélange, qui constituent aussi autant de possibilités de transformation à coût minime, car réalisées en une seule étape, sont susceptibles d'être exploitées, tant pour la matière amylacée de la partie
25 primaire que pour celle de la partie secondaire.

Elles peuvent notamment conduire à l'utilisation d'amidons présentant une majorité de granules gonflés et sensibles à l'action alcaline, en partie primaire comme en partie secondaire.

30 Ainsi, l'invention n'exclut pas le cas limite où l'amidon de la partie primaire et l'amidon de la partie secondaire se trouvent dans des états physiques voisins, en particulier, de gonflement et d'encombrement stérique, notamment en milieu alcalin.

Des compositions conçues selon les répartitions indiquées, tenant compte de la diversité des machines, tant de leur conception que de leur fonctionnement, permettront de préserver les avantages apportés par l'amidon de pois sans subir l'inconvénient de la teneur élevée en amylose.

L'utilisation de mélanges identiques en partie primaire et en partie secondaire trouve en outre un intérêt primordial pour la fourniture d'une seule matière première.

Il est encore à souligner que, tenant compte des avantages présentés par la fécule de pomme de terre en termes énergétiques, et de ce qui a été décrit précédemment, relativement à l'absence de pouvoir suspensif de la fécule de pomme de terre, solubilisée ou gonflée, vis-à-vis des granules d'amidon notamment, il peut s'avérer très utile d'envisager, dans la conception de la partie primaire, un mélange de fécule de pomme de terre et d'amidon de pois pour lequel les proportions choisies procèderaient de ce seul critère de pouvoir suspensif, conduisant à la prise en compte d'une participation de l'amidon de légumineuses, notamment de pois, éventuellement plus faible que celles préconisées dans les mélanges considérés ci-dessus.

D'autres considérations amènent à relever l'intérêt présenté par la présence de fécule de pomme de terre dans la partie secondaire. Notamment, à l'alimentation des papiers, et dans le cas de leur préchauffage, celle-ci apporte une rétention d'eau faible améliorant la mouillabilité des papiers, et un point de gélatinisation bas permettant un bon collage pour un préchauffage réduit.

C'est ainsi que des ratios fécule de pomme de terre / amidon de pois compris entre 45/55 et 70/30 peuvent se révéler intéressants de ces points de vue, que ce soit en partie primaire et / ou secondaire.

Au-delà, même, de tels choix de proportions accrues de fécule de pomme de terre dans la partie primaire, trouveront leur justification dans une stabilité améliorée des préparations.

5 En tout état de cause et plus précisément, lesdites compositions adhésives aqueuses sont caractérisées en ce que l'amidon de légumineuses, notamment l'amidon de pois, présente :

- 10 - une richesse en amidon supérieure à 90% (sec/sec), de préférence supérieure à 95%, de préférence encore supérieure à 98%,
- une teneur en matières colloïdales et en résidus fibreux inférieure à 1% (sec/sec),
- 15 - une teneur en protéines inférieure à 1%, de préférence, inférieure à 0,5%, de préférence encore, comprise entre 0,1 et 0,35% (sec/sec).

 L'invention concerne plus particulièrement une composition caractérisée en ce que l'amidon de légumineuses, notamment l'amidon de pois présente une
20 teneur en amylose comprise entre 15 et 60%, de préférence entre 20 et 55%, de préférence encore entre 30 et 52%.

 La composition selon l'invention est avantageusement caractérisée en ce qu'elle comprend entre 10 et 40%, en poids, du produit de mélange par rapport à la totalité de
25 ladite composition.

 Ces caractéristiques sont d'un intérêt d'autant plus grand que la fabrication concernée s'avère difficile.

 On peut en effet considérer, en toute généralité, que la fabrication de carton dit « simple face » (SF) ou
30 « double face » (DF) recèle beaucoup moins de difficultés et, qu'en revanche, celle de cartons « double-double » (DD) ou « triple cannelure », voire de quadri-cannelures ou présentant un nombre plus grand encore de cannelures, de

micro-cannelures, de nano-cannelures et / ou de cartons lourds.

Il est aussi du mérite de la demanderesse de proposer un procédé de préparation de carton ondulé adapté aux dites
5 compositions, caractérisé en ce qu'il comprend, au moins une fois, les étapes consistant à distribuer la composition adhésive selon l'invention sur les sommets des cannelures d'une bande de papier préformée, à appliquer un papier ou carton plat sur les sommets de cannelures ainsi revêtus et à
10 procéder à un séchage.

Il est ainsi permis et aisé, par l'usage de compositions selon l'invention et par des moyens adaptés, de procéder à la confection de cartons ondulés satisfaisant aux exigences de la technique, y compris pour la préparation de
15 cartons lourds, multi-cannelures et / ou présentant des micro-cannelures.

Les mélanges, pris au sens de l'invention, constituent, comme il est souhaité, un moyen simple, en particulier, si est exploitée la possibilité laissée
20 d'utilisation d'une matière identique en primaire et en secondaire, peu onéreux, approvisionné aisément, notamment en comparaison aux amidons de tubercules, peu sensible à la réglementation, performant, dès lors que, dans le cadre de formulations adaptées, lesdits mélanges sont réalisés dans
25 les proportions recommandées.

Il est ainsi constaté que le fait de prévoir un mélange d'amidon selon l'invention essentiellement en partie secondaire et, éventuellement, en partie primaire de la composition adhésive, a pour effet d'agir de façon très
30 positive sur l'ensemble des critères énoncés plus haut, soit d'améliorer l'ensemble des paramètres de fonctionnement ainsi que toutes les caractéristiques utiles aux cartons ondulés et, en particulier, d'améliorer sensiblement le « tack », le collage dit « à vert », la

vitesse de développement du collage et la qualité dudit collage, tout en réduisant fortement la dépense énergétique nécessaire à l'obtention des résultats escomptés.

5 Sous ce dernier aspect, il est important de souligner que les compositions selon l'invention sont adaptées et compatibles avec l'apparition, sur certaines machines, de profils de chauffage réduits, notamment d'apport de vapeur sous pression réduite, par exemple, sous pression de 2 bars maximum, et même de tables dites froides.

10 De façon un peu différente, il a été noté que, sur des machines plus conventionnelles, il était possible, même souhaitable, de réduire sensiblement le nombre et / ou la température des tables chauffantes.

15 En outre, il s'est avéré que les observations conservent tout leur intérêt, voire un intérêt accru, lorsque la composition est apportée à une température relativement basse.

20 La Demanderesse considère en outre qu'il est tout à fait possible de se satisfaire, pour la préparation de compositions adhésives selon l'invention, de l'utilisation de mélanges d'amidons de légumineuses, de tubercules et / ou de céréales, non modifiés, que ce soit chimiquement ou par tout autre moyen.

25 Il est toutefois clair que les amidons modifiés, simultanément ou séparément, notamment éthérifiés ou estérifiés, conviennent encore mieux et sont envisagés dans le cadre de l'invention.

30 Ces matières, qui sont normalement d'un coût plus élevé, peuvent néanmoins trouver leur justification dans les propriétés rhéologiques et dans la stabilité des colles, pour le collage « à vert », le développement et la qualité du collage, ainsi que sa résistance, comparativement aux caractéristiques obtenues avec des amidons non modifiés.

Il est notamment possible d'utiliser des mélanges d'amidons, modifiés ou non, partiellement oxydés ou hydrolysés par l'action d'au moins un acide ou d'une enzyme, pour l'élaboration de compositions à hautes matières sèches, de façon à en adapter la viscosité.

Une autre solution d'intérêt pour la préparation de la partie primaire, consiste à préparer le support en utilisant un dispositif de cuisson dit « à vapeur directe », notamment en continu.

10 D'autres modifications sont possibles, notamment physiques, par exemple, les opérations thermomécaniques comme la prégélatinisation sur tambours sécheurs ou l'extrusion, ou thermiques, comme celles connues de l'homme de l'art sous le nom de « Hot Moisture Treatment
15 (HMT) » ou d' « Annealing ».

Des polymères, présentant généralement de fortes viscosités, connus pour de tels usages comme les dérivés de la cellulose, des alcools de polyvinyle, des acétates de polyvinyle ou de la polyvinyl-pyrrolidone peuvent constituer
20 un apport complémentaire, notamment à la partie primaire.

On recourt, en outre, dès lors que les contraintes industrielles nécessiteront que les joints de colles obtenus par l'utilisation de compositions conformes à l'invention soient résistants à l'humidité ou à l'eau, à
25 des agents de réticulation ou à des résines préformées.

Notamment, les compositions selon l'invention répondent plus aisément aux exigences particulières de résistance à l'humidité ou à l'eau sans nuire à l'environnement, ni desservir les conditions d'hygiène et
30 de salubrité lorsqu'elles contiennent une résine formolée ou non et / ou un agent de résistance à l'eau non synthétique et non formolé judicieusement choisi.

Il a été observé, en particulier, que la proportion choisie en amidon de légumineuses, notamment en amidons de

pois, permettait de préserver, toute autre condition étant égale par ailleurs, les avantages conférés de ce point de vue de la tenue à l'humidité ou à l'eau, par l'amidon de légumineuses dès lors que le taux d'amylose de cet amidon
5 était compris entre 15 et 60%, de préférence entre 20 et 55%, de préférence encore, entre 30 et 52%.

Il a été aussi noté qu'il était possible, dans des conditions adaptées de réduire les quantités de résine formolée ou non et / ou d'agent de résistance à l'eau non
10 synthétique et non formolé.

Il a été ainsi constaté, plus précisément, qu'il existait des moyens faciles à mettre en œuvre qui consistent à utiliser, de façon complémentaire et en quantités faibles, au prix de modifications minimales des
15 formules, des agents améliorant la résistance à l'eau tels que ceux choisis, par exemple, parmi des sels comme les sulfates, en particulier, de zinc, de cuivre ou d'alumine, le phosphate de diammonium ou encore un composé porteur de zirconium.

Il est notamment possible d'associer, dans le cadre d'une composition adhésive selon l'invention, les résines couramment ajoutées pour l'obtention d'une résistance à l'eau convenable, telles que des résines non formolées ou formolées diverses, de type urée-formol, cétone-formol,
25 résorcine-formol ou phénol-formol notamment, présentant généralement une capacité de pontage et / ou un caractère hydrophobe intrinsèque et des sulfates, notamment, de zinc ou d'alumine.

Selon une variante, une composition adhésive selon
30 l'invention, satisfaisante de ce point de vue, est caractérisée en ce qu'elle est exempte de résine formolée ou même de résine synthétique, et comprend une quantité efficace d'un agent chimique choisi parmi les sulfates,

notamment, de zinc, d'alumine ou de cuivre, les composés porteurs de zirconium ou le phosphate de diammonium.

Par « quantité efficace », on entend une quantité de résine ou d'agent chimique au moins égale à celle permettant à ladite composition adhésive de conférer au carton ondulé final des caractéristiques de résistance à l'eau répondant aux critères du test FEFCO n°9.

Les différents aspects de la présente invention, relatifs à la formulation et à l'élaboration de compositions adhésives usuelles, vont être décrits de façon plus détaillée à l'aide des exemples qui suivent, qui ne sont aucunement limitatifs.

Exemple 1 :

On élabore deux compositions adhésives de type « Stein-Hall », l'une conçue à partir du seul amidon de pois natif AP, c'est-à-dire non modifié, selon l'enseignement du document WO 2004/044082, l'autre différant de la première en ce qu'elle comprend, en partie secondaire, un mélange d'amidon de pois natif (AP) et de féculé de pomme de terre native (FPT) dans le ratio 80/20.

L'amidon de pois présente une richesse en amidon supérieure à 95%, une teneur en protéines de 0,30% et en substances colloïdales inférieure à 1%.

La richesse en amylose dudit amidon est de 35,7%.

Les deux compositions obtenues, notamment utiles au collage d'un carton ondulé dit « Triple Cannelure », sont comparées à une formule conventionnelle utilisant, en primaire, l'amidon de maïs natif AM et, en secondaire, la féculé de pomme de terre native FPT.

Les paramètres essentiels sont les suivants :	Amidon de pois (AP) WO 2004/044082	Amidon de pois (AP) + féculé de pomme de terre (FPT) (inventive)	Amidon de maïs (AM) / féculé de pomme de terre (FPT)
<u>partie primaire</u> :			
eau	370 ml	370 ml	370 ml
amidon	AP:35 g	AP:33 g	AM:42 g
chauffage	32°C	32°C	32°C
Soude pure/ eau	6,3g/10 ml	6,2g/10 ml	4,6g/10 ml
Agitation	11minutes	11minutes	11minutes
<u>partie secondaire</u> : eau	665 ml	665 ml	665 ml
amidon	AP: 414,5g	AP:333g FPT:83,5g	FPT: 407,5g
borax	3,08g	3,08g	2,08g
agitation	12 minutes	12 minutes	12 minutes
Viscosité Lory Viscosité Brookfield Indice réfraction	30secondes 480 mPa.s 4,3	21,5secondes 430 mPa.s 4,1	24,5secondes 550 mPa.s 4,3

On procède, en laboratoire, à un collage de type dit « Double face » :

Pt de gélatinisation - partie secondaire après assemblage	45°C	46°C	48,5°C
Collage à vert - 95°C sur appareil Strohlein			
temps ouvert O.T. 0	17,5 sec.	16 sec.	12,9sec.
temps ouvert O.T. 5	12 sec.	12,9 sec.	11sec.

5 On constate ainsi que, dans le cadre de compositions obtenues et maintenues à basse température, ici 32°C, les enseignements de l'art antérieur présenté dans la demande

de brevet internationale WO 2004/044082 ne permettent pas de mettre en évidence, au laboratoire, l'intérêt de l'utilisation de l'amidon de pois, de manière générale, ni même celle d'un mélange, amidon de pois 80% / fécula de pomme de terre 20%, utilisé dans la partie secondaire.

A l'inverse, les observations possibles sur machine, en particulier, en termes de vitesse de la machine et de qualité de collage, indiquent clairement, notamment lors de la réalisation de cartons dits « double-double », « Triple Cannelure » et « quadri cannelure », l'intérêt de l'intervention de l'amidon de pois et des mélanges amidon de pois / fécula de pomme de terre dans les proportions préconisées dans le cadre de l'invention.

Au-delà, les limites des compositions selon l'art antérieur, qu'elles soient élaborées à partir d'amidon de maïs et de fécula de pomme de terre ou du seul amidon de pois, sont d'autant plus évidentes lors de l'abaissement ou de variations dans l'apport énergétique comme, par exemple, ceux suscités par une baisse de pression de la vapeur alimentant la machine.

Exemple 2 :

On procède maintenant, afin d'appréhender le phénomène constaté, à une comparaison directe sur machine, dans la fabrication de cartons dits « Triple Cannelure », sur la base de compositions de type « Stein-Hall », conçues toutes deux à partir d'amidon de pois natif dans la partie primaire, et comprenant respectivement, dans leur partie secondaire, l'amidon de pois natif ou un mélange selon l'invention, comprenant 70% d'amidon de pois natif et 30% de fécula de pomme de terre native.

On procède à une seconde comparaison, similaire, à partir d'une formule conçue pour le collage de cartons « double-double ».

Matières : primaire secondaire	Formule pour Triple Cannelure (TC)	Formule pour carton Double- Double (DD)
<u>Partie primaire</u> : eau	600	600
Amidon de pois	73	82
Chauffage	30°C	30°C
Soude à	29 litres	29 litres
agitation	15 minutes	15 minutes
<u>secondaire</u> : eau	1500	1575
Borax (1 ^{er} ajout)	7	6
Matière amylacée	A: AP 775 B: AP 542,5 + FPT 232,5	A: AP 655 B: AP 458,5 + FPT 196,5
Borax (2 ^{me} ajout)	5	4
agitation	15 minutes	15 minutes
<u>Total : eau</u>	2100	2175
<u>Total amylacé</u>	848	737
<u>Matière sèche globale</u>	28,8%	26,5%
<u>Viscosité Lory</u> <u>Température de</u> <u>gélatinisation</u>	30 secondes 48°C	27 secondes 49°C

Dans le cas de l'utilisation des compositions de type « B », comprenant en partie secondaire, un mélange d'amidon de pois et de fécule de pomme de terre dans le ratio 70/30, on constate sur la machine, une augmentation très sensible de la vitesse de la machine, en regard de la composition de type « A ». Elle est augmentée,, d'environ 50%, pour un réglage des tables chauffantes identique.

Le gain de production enregistré traduit un besoin en énergie thermique, pour parvenir à un collage de qualité, sensiblement inférieur dans le cas de l'utilisation des formules de type B selon l'invention, comparativement aux formules de type A.

Le bilan énergétique apparaît ainsi très favorable au mélange d'amidon de pois et de fécule de pomme de terre.

On constate, en outre, que les formulations A et B présentent des caractéristiques rhéologiques voisines et
5 qu'il est possible de conserver, en conséquence, les mêmes dépose de colle et épaisseur de film.

Exemple 3 :

On procède à la préparation de deux compositions adhésives de type Stein-Hall, conçues pour le collage de
10 cartons double-double (« DD »), comprenant toutes deux, l'amidon de maïs natif, seul, dans la partie primaire.

La formule C comprend, en partie secondaire, un mélange d'amidon de maïs natif et de fécule de pomme de terre native.

15 La formule D considère, en partie secondaire et comparativement, un mélange d'amidon de maïs natif et d'amidon de pois natif.

Matières : primaire secondaire	Formule C - secondaire : amidon de maïs - fécule de p. de t.	Formule D - secondaire : amidons de maïs et de pois
<u>Partie primaire</u> : eau	960	960
Amidon de maïs	145	147
Chauffage	40°C	42°C
Soude	48kg	45kg
agitation	15 minutes	15 minutes
<u>secondaire</u> : eau	1710	1710
Borax (1 ^{er} ajout)	6	6
Matière amylacée	AM: 300 FPT: 600	AM: 330 (40%) AP: 500 (60%)
Borax (2 ^{ème} ajout)	5	5
agitation	18 minutes	18 minutes
<u>Total : eau</u>	2670	2670
<u>Total amylacé sec</u>	884	860
<u>Matière sèche globale</u>	23,35%	23,15%
<u>Viscosité Lory</u> <u>Température de</u> <u>gélatinisation</u>	25 secondes 51°C	25 secondes 51°C

On observe sur la machine que la mise en place de la formule D, comprenant le mélange d'amidon de maïs et d'amidon de pois natifs permet, à des vitesses identiques et des qualités de collage comparables, de diminuer la
5 dépose de colle et de produire un carton plus sec.

Le bilan énergétique est, là aussi, très favorable à l'utilisation d'un mélange selon l'invention comprenant de l'amidon de pois et, cette fois, de l'amidon de maïs.

10 Exemple 4 :

On prépare deux compositions E, selon l'invention, et F selon l'art antérieur comprenant en partie secondaire, respectivement, un mélange amidon de maïs natif / amidon de

pois natif et un mélange amidon de maïs natif / fécula de pomme de terre native.

La formule E présente, en outre, une partie primaire constituée aussi d'un mélange amidon de maïs natif / amidon de pois natif, ce dernier y étant majoritaire, alors que la formule F ne contient que de l'amidon de maïs natif en primaire.

De telles compositions sont utiles pour le collage dit simple face (« SF »).

Matières : primaire secondaire	Formule E - primaire et secondaire: AM/AP	Formule F - secondaire : AM/FPT
<u>Partie primaire</u> : eau Matière amylacée	1200 AP: 100 (62,5%) AM: 60 (37,5%)	1200 AM : 167
Chauffage	40°C	33°C
Soude	52,5kg	48kg
agitation	15 minutes	15 minutes
<u>secondaire</u> : eau	2100	2100
Borax (1 ^{er} ajout)	7,8	7,8
Matière amylacée	AM: 650 (74%) AP: 230 (26%)	AM: 805 FPT: 250
Borax (2 ^{ème} ajout)	5,4	5,4
agitation	15 minutes	15 minutes
<u>Total</u> : eau	3300	3300
<u>Total amylacé sec</u>	915	1060
<u>Matière sèche globale</u>	20,7%	23,1%
<u>Viscosité Lory</u> <u>Température de</u> <u>gélatinisation</u>	18 secondes 52°C	21 secondes 52°C

10

Le bilan énergétique est, là encore, favorable. On l'exprime différemment en soulignant que, pour une même vitesse de fabrication, la qualité du collage est

sensiblement supérieure avec la composition E selon l'invention comparativement à la formule F.

Exemple 5 :

Les deux compositions E et F de l'exemple 4, sont maintenant utilisées pour le collage d'une micro-cannelure de type G. L'obtention d'un collage satisfaisant, avec la formulation F, nécessite l'utilisation de l'ensemble des tables chauffantes de la machine, c'est-à-dire 20 tables alimentées avec une vapeur à 14 bars. En regard, la formulation E a permis de modifier très sensiblement le profil de chauffage. Il a été en effet possible de réduire la pression de vapeur, pour les quatre premières et les six dernières, à 5 bars.

Exemple 6 :

Un essai industriel est tenté, destiné à établir les performances comparées entre, d'une part, l'amidon de pois seul, utilisé en parties primaire et secondaire et, d'autre part, un mélange à 50% d'amidon de pois et 50% de fécule de pomme de terre, lui aussi, utilisé tant en partie primaire qu'en partie secondaire.

On choisit de mettre en place ces deux types de compositions dans le cadre d'un test considéré comme particulièrement probant, c'est-à-dire sur deux qualités lourdes, distinctes, de carton dit « double-double ».

A partir de préparations à 33% de matières sèches, présentant un point de gélatinisation proche de 48°C, on établit aisément la supériorité de la composition issue du mélange.

En effet, le gain de vitesse atteint 40 mètres par minute. Ce bénéfice est attribué notamment à l'efficacité accrue, lorsque le mélange contient de la fécule de pomme de terre, du préchauffage des papiers, lorsqu'il existe, ainsi qu'à la gélatinisation, plus rapide, de la partie secondaire.

Les trois premiers exemples illustrent l'intérêt que présentent, dans le cadre d'une préparation de type « Stein-Hall », les mélanges réalisés à partir d'amidon de pois, lorsqu'ils sont utilisés dans la partie secondaire de la composition, qu'ils soient d'ailleurs de type « amidon de légumineuses - amidon de tubercules » ou « amidon de légumineuses - amidon de céréales ».

Les trois suivants concernent des compositions où les mélanges sont présents, à la fois, en partie primaire et en partie secondaire.

Les compositions issues de mélanges selon l'invention présentent des comportements rhéologiques, des performances de collage et / ou des avantages financiers certains, face à l'art antérieur. La conclusion demeure valide, notamment quand on les compare à des compositions comprenant le seul amidon de pois en primaire et / ou en secondaire.

Exemple 7 :

On élabore une composition adhésive de type « Minocar », conçue à partir du seul amidon de pois natif AP, selon les enseignements du document WO 2004/044082.

L'amidon de pois est celui de l'exemple 1, avec une richesse en amidon supérieure à 95%, une teneur en protéines de 0,30% et un taux en substances colloïdales inférieur à 1%. La richesse en amylose est de 35,7%.

Selon le principe régissant cette méthode, on procède en laboratoire au gonflement, dans l'eau, seulement partiel et maîtrisé, à la différence du procédé « Stein-Hall » pour lequel l'amidon primaire est soigneusement gélatinisé, d'une quantité relativement importante d'amidon, laquelle constituera la partie primaire ou support.

Les éléments relatifs à la préparation de la partie primaire de la composition sont les suivants :

Primaire :	
Eau	765
Amidon de pois	143
Température	33°C
Soude/eau(g/g) introduction en 5 minutes	4,9/10

L'ensemble est agité à 1750 tours/ minute. La réaction est arrêtée après 9 minutes par addition d'eau destinée à la partie secondaire.

Secondaire :	
Eau	209
Amidon de pois	285
Eau	79
borax	4,0

5

La préparation, maintenant complète, est agitée pendant 15 minutes à 1750 tours/minute.

On procède ensuite aux mesures de viscosité conventionnelles que sont les viscosités Lory et Brookfield.

Elles affichent, respectivement, 19,5 secondes et 2425 mPa.s, ce qui traduit l'obtention d'une composition présentant une texture extrêmement courte. De cette seule observation, on peut en déduire qu'elle est tout à fait impropre à l'application.

Cette réalité de non-conformité peut être exprimée par l'établissement du rapport B/L (Viscosité Brookfield / Viscosité Lory) qui, égal à 124, apparaît très éloigné des normes retenues par la Demanderesse, lesquelles se situent à 40-50 environ.

Exemple 8 :

On envisage alors une comparaison entre compositions comportant, respectivement, à la fois dans la partie primaire et dans la partie secondaire :

- l'amidon de pois seul (formule M1),

- un mélange 75% d'amidon de pois - 25% de fécule de pomme de terre (formule M2),
- un mélange 50% d'amidon de pois - 50% de fécule de pomme de terre (formule M3).

5 Ces trois formulations conduisent à des compositions présentant les caractéristiques suivantes :

	M1	M2	M3
Primaire :			
Eau	765	765	765
Amidon de pois	143	107,25	71,5
Fécule de pomme de terre	0	35,75	71,5
Température	33°C	33°C	33°C
Soude/eau(g/g)	5,1/10	5,1/10	4,9/10
Vitesse d'agitation (trs/mm)	800	800	800
Temps de réaction (minutes) -	10,5	9	7

Pour l'arrêt de la réaction, on introduit l'eau du secondaire sous forte agitation (1750 tours/minute).

	M1	M2	M3
Secondaire :			
Eau	209	209	209
Amidon de pois	285	213,75	142,5
Fécule de pomme de terre	0	71,25	142,5
Eau	79	79	79
Borax	4	4	4

10 On maintient l'agitation durant 15 minutes. Les viscosités et le rapport B/L s'établissent comme suit :

	M1	M2	M3
Viscosité Lory (secondes)	16,5	18	19
Viscosité Brookfield (mPa.s)	2550	990	700
Rapport B/L	154,5	55	37
Point de gélatinisation	45°C	46°C	46°C

S'il se confirme que la texture de la composition de type « Minocar », avec le seul amidon de pois, est inadaptée, il s'avère que 25% de fécule de pomme de terre suffisent pour rétablir un rapport B/L convenable.

5 Au-delà, et ceci est particulièrement vrai pour le mélange 50/50, les compositions selon l'invention permettent un meilleur mouillage des papiers, notamment quand il y a préchauffage à l'alimentation de la machine. La vitesse de prise de la colle en est alors améliorée.

10 Plus particulièrement encore, de telles formulations permettent, tout comme les compositions de type Stein-Hall, de réduire sensiblement la dépense énergétique tout en autorisant une augmentation de la vitesse de la machine.

Exemple 9 :

15 On élabore deux compositions P1 et P2, de type «Pristim», pour lesquelles la partie primaire est obtenue par effet thermique, en l'absence d'un agent alcalin.

20 P1 est conçue par mise en œuvre, unique, de l'amidon de pois natif de l'exemple 1 et P2, en utilisant, pour les parties primaire et secondaire, un mélange comprenant 50% d'amidon de pois et 50% de fécule de pomme de terre.

	P1 (art antérieur)	P2 (selon l'invention)
Primaire :Eau à 50°C	618	618
Matière amylacée	73	80
1 ^{er} chauffage agitation		
2000trs/mn	66°C- 2mn	64°C-2mn
2 ^{ème} chauffage		
agitation 2000trs/mn	72°C-20mn	70°C-20mn
Secondaire : eau	1103	1103
Borax	3	3
Matière amylacée	742	735
Soude/eau	2,5/221	3,5/221
Borax	3	3
Agitation2000trs/mn	10mn	10mn

A ce stade de la seule préparation, on note que les températures nécessaires à la gélatinisation sont, déjà avec P1, relativement basses, comparativement à celles qu'il est nécessaire d'atteindre avec les autres matières amylacées, notamment, avec les amidons de céréales, de maïs ou de blé.

Avec P2 et l'apport de la fécule de pomme de terre dans le mélange utilisé, la température de gélatinisation est davantage abaissée encore, de 2°C ou plus.

Ces conditions de préparation permettent, à l'échelle industrielle, un stockage à une température suffisamment basse (environ 35°C) pour qu'il ne soit pas nécessaire de prévoir une installation adaptée au maintien de la température telle que, notamment, l'isolation de la cuve.

Les caractéristiques relatives à la viscosité, par écoulement (Lory) et au cisaillement (Brookfield), ainsi que le rapport B/L, sont :

	P1	P2
Viscosité Lory (secondes)	15	17
Viscosité Brookfield (mPa.s)	690	590
Rapport B/L	46	35

Ces données permettent d'émettre un diagnostic de satisfaction assurée quant au comportement des compositions fraîchement préparées.

Les compositions P1 et P2 sont toutefois soumises, au-delà, à un test de vieillissement au stockage pendant 24 heures à température ambiante, puis soumises à un cisaillement à 2000 tours / minutes, de façon à simuler les conditions opératoires sur machine et à observer leur réactivité à la remise en service après arrêt et / ou temps de stockage.

	P1	P2
5 minutes à 2000trs/mn		
Viscosité Lory (secondes)	Mesure Impossible	46
Viscosité Brookfield (mPa.s)	4500	1020
Rapport B/L ₅	---	22
10 minutes à 2000trs/mn		
Viscosité Lory (secondes)	Sup. à 60	27,5
Viscosité Brookfield (mPa.s)	3900	910
Rapport B/L ₁₀	----	33
15 minutes à 2000trs/mn		
Viscosité Lory (secondes)	41	20
Viscosité Brookfield (mPa.s)	2850	780
Rapport B/L ₁₅	69,5	39

Ces tests de vieillissement et de remise en service des préparations établissent une meilleure aptitude de la composition selon l'invention, face à la composition ne
5 comprenant que le seul amidon de pois.

10

15

20

REVENDICATIONS

1. Composition adhésive aqueuse destinée au collage du carton ondulé et comportant des parties dites primaire et secondaire, caractérisée en ce que la partie secondaire, constituée d'amidons non gélatinisés et / ou d'amidons gonflés, comprend essentiellement un produit de mélange d'amidons de légumineuses et d'amidons de céréales et / ou de tubercules tel que le ratio entre amidon de légumineuses et amidon de céréales et / ou de tubercules est compris entre 30/70 et 90/10 de préférence compris entre 40/60 et 80/20, de préférence encore, compris entre 45/55 et 75/25.

2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que la partie primaire, constituée d'amidons gélatinisés et / ou d'amidons gonflés, comprend essentiellement un produit de mélange d'amidons de légumineuses et d'amidons de céréales et / ou de tubercules tel que le ratio entre amidon de légumineuses et amidon de céréales et / ou de tubercules est compris entre 30/70 et 90/10, de préférence compris entre 40/60 et 80/20, de préférence encore, compris entre 45/55 et 75/25.

3. Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que l'amidon de légumineuses et, en particulier, l'amidon de pois, présente :

- une richesse en amidon supérieure à 90% (sec/sec), de préférence supérieure à 95%, de préférence encore supérieure à 98%,

- une teneur en matières colloïdales et en résidus fibreux inférieure à 1% (sec/sec),

- une teneur en protéines inférieure à 1%, de préférence, inférieure à 0,5%, de préférence encore, comprise entre 0,1 et 0,35% (sec/sec).

4. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'amidon de

légumineuses, notamment l'amidon de pois présente une teneur en amylose comprise entre 15 et 60%, de préférence entre 20 et 55%, de préférence encore entre 30 et 52%.

5. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce qu'elle comprend entre 10 et 40%, en poids, du produit de mélange par rapport à la totalité de ladite composition.

6. Composition l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que le produit de mélange d'amidon est un mélange d'amidons de légumineuses et d'un amidon essentiellement issu de tubercules, notamment de pomme de terre.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée en ce qu'elle est sous une forme commerciale sèche, c'est-à-dire exempte d'eau autre que l'eau de constitution de ses composants.

8. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce qu'elle comprend :

- 0,3 à 5%, en poids, d'une substance alcaline, par rapport à la totalité de ladite composition.

- 0,01 à 5%, en poids par rapport à l'amidon total, de borax ou de tout autre composé chimique porteur de bore.

9. Procédé de préparation de carton ondulé, caractérisé en ce qu'il comprend, au moins une fois, les étapes suivantes:

- application sur les sommets des cannelures d'une bande de papier préformée, d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8,

- application d'un papier ou d'un carton plat sur les sommets de cannelures ainsi revêtus de la composition,

- séchage.

10. Carton ondulé caractérisé en ce qu'il comprend une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8.

11. Carton ondulé selon la revendication 10, caractérisé par le fait qu'il présente une résistance à l'eau selon les critères définis par le test FEFCO n°9.

12. Utilisation pour le collage de cartons ondulés
5 d'un produit de mélange d'amidons de légumineuses, notamment de pois, et d'amidons de céréales et / ou de tubercules, le ratio entre amidon de légumineuses et amidon de céréales et / ou de tubercules étant compris entre 30/70 et 90/10, de préférence compris entre 40/60 et 80/20, de
10 préférence encore, compris entre 45/55 et 75/25, et l'amidon de pois présentant une teneur en amylose comprise entre 15 et 60%, de préférence entre 20 et 55%, de préférence encore entre 30 et 52%.

COMPUESTO ADHESIVO QUE CONTIENE UNA MEZCLA A BASE DE ALMIDÓN DE LEGUMINOSAS

La invención tiene por objeto un compuesto adhesivo acuoso que contiene, total o parcialmente, una mezcla que comprende al menos un almidón de leguminosas y al menos un almidón derivado de cereales y/o de tubérculos para el ensamble de cartones ondulados.

Se refiere más particularmente a un compuesto adhesivo acuoso que presenta una parte primaria, esencialmente constituida por uno o varios almidones gelatinizados y/o hinchados, y una parte secundaria esencialmente constituida por uno o varios almidones no gelatinizados y/o por uno o varios almidones hinchados.

Tiene como objetivo, más particularmente, un compuesto adhesivo acuoso para el ensamble de cartones ondulados, cuya parte secundaria está elaborada a partir de una mezcla que contiene al menos un almidón de leguminosas y al menos un almidón derivado de cereales y/o de tubérculos.

En este caso se puede elaborar la parte primaria a partir de un solo almidón, principalmente de guisantes, pero también se la puede elaborar a partir de una mezcla que contiene al menos un almidón de leguminosas y al menos un almidón derivado de cereales y/o de tubérculos, en particular a partir de la misma mezcla utilizada en la parte secundaria.

Consiste también en un procedimiento de preparación de cartón ondulado que utiliza un compuesto de acuerdo a la invención que contiene en su parte secundaria, y opcionalmente en su parte primaria, una mezcla idéntica a la que se describe.

Se refiere además al cartón ondulado obtenido gracias a los medios según la invención.

La presente invención consiste en la mezcla de al menos un almidón de leguminosas y al menos un almidón derivado de cereales y/o de tubérculos, y en su utilización para la elaboración de la parte secundaria, y opcionalmente para la confección de la parte primaria de un compuesto según la invención.

En el contexto de la presente invención se entiende específicamente por la expresión "leguminosas" la familia de las papilionáceas cuyos representantes más importantes son el frijol, los guisantes, la lenteja, las habas, la alfalfa, el trébol y el lupino.

En el sentido de la presente invención se entiende por "almidón de leguminosas" los almidones extraídos de leguminosas, y en particular de los guisantes, que presentan entre otras características un alto contenido en almidón, en particular superior a 90% (seco/seco), conjuntamente con un contenido muy bajo en materias coloidales y en residuos fibrosos, ventajosamente inferior a 1% (seco/seco).

El contenido en almidón es preferentemente superior a 95% y, más preferentemente aún, superior a 98% (seco/seco).

Paralelamente el contenido en proteínas es preferentemente inferior a 1% y, más preferentemente aún, inferior a 0.5%, comprendido entre 0.1 y 0.35% (seco/seco).

En el sentido de la presente invención se entiende por "compuesto adhesivo acuoso" cualquier compuesto adhesivo acuoso destinado en particular a la confección de cartones ondulados, que contiene una parte de uno o varios almidones solubilizados y/o hinchados denominada soporte o parte primaria, que presenta propiedades suspensivas suficientes en particular con respecto al almidón granular, y una parte denominada parte secundaria de uno o varios almidones no solubilizados y/o solamente hidratados, es decir que se encuentran en estado de gránulos insolubles y/o de gránulos al menos parcialmente hinchados.

Los compuestos que utilizan en su parte secundaria un almidón en forma de gránulos insolubles son frecuentemente preparados según los principios conocidos por los expertos con el nombre de "procedimiento Stein-Hall".

De acuerdo a las normas inherentes a dicho procedimiento o a otros procedimientos similares, como el procedimiento "MINOCAR" por ejemplo (Patente europea EP 0 038 627), se adicionan en una primera etapa al menos un almidón, agua y un agente alcalino.

El calentamiento de este conjunto, moderado en cuba abierta, o intenso al vapor vivo o mediante un cocedor continuo, permite obtener un simple espesamiento o una solución coloidal alcalina que presenta características reológicas entre otras, y es apta para mantener en suspensión partículas insolubles y/o solamente hidratadas, adaptadas.

Dicho procedimiento constituye un modo de preparación de la parte denominada "primaria" o "de soporte".

De acuerdo a otras normas seguidas para dichos procedimientos, se prepara, a la temperatura de alimentación del agua, una dispersión que adiciona agua y uno o varios almidones en estado granular. La mayoría de las veces se les añade un derivado del boro, en particular el bórax. La lechada así obtenida forma la parte "secundaria".

Se procede a mezclar cuidadosamente las partes primaria y secundaria de acuerdo a varios procedimientos continuos o discontinuos.

Según una variante de la invención, es posible añadir sucesivamente a la parte primaria, agua, uno o varios almidones granulares y más frecuentemente, bórax.

De acuerdo a otra variante de la invención, se puede elaborar un producto preparado para el empleo bajo la forma de un compuesto comercial seco, es decir libre de agua, que no tenga más que el agua de constitución de sus componentes, para lo cual basta con una simple dispersión en el agua para obtener un compuesto de acuerdo a la invención.

Dicho compuesto preformulado contiene una materia amilácea pregelatinizada derivada de un almidón de leguminosas, de un almidón de tubérculos, de un almidón de cereales o de una de sus mezclas.

Contiene asimismo una materia amilácea en forma de gránulos insolubles y/o hinchados apta para constituir la parte secundaria, que se elabora a partir de una mezcla que contiene al menos un almidón de leguminosas y al menos un almidón derivado de cereales y/o de tubérculos.

Contiene además una parte mineral apta para generar en el agua la alcalinidad deseada. Puede tratarse por ejemplo de una mezcla de carbonato de sodio y de cal apagada.

Finalmente contiene casi siempre un agente portador de boro como el bórax.

Esto no impide, por ejemplo, que el compuesto preformulado no contenga sino la parte pregelatinizada y la parte granular y/o prehinchada. En dicho caso, se añaden el agente alcalino y el bórax en el agua o en la dispersión del compuesto en el agua.

Dichos procedimientos conducen a la obtención de compuestos acuosos adhesivos cuyo extracto seco final, y parámetro esencial, varía normalmente entre 20 y más de 30%.

Existe otro procedimiento conocido con el nombre de "PRISTIM" (Patente europea EP 0 229 741, en nombre de la sociedad solicitante), que consta de una parte primaria que contiene al menos un almidón solubilizado, y de una parte secundaria constituida al menos por un almidón en forma de gránulos.

De acuerdo a este procedimiento se prepara la parte primaria aumentando sensiblemente la temperatura, sin que intervenga ningún agente alcalino.

En algunos casos, sin embargo, se mantiene una dosis muy baja del agente alcalino, en particular para disminuir y ajustar la temperatura necesaria a la gelatinización.

Cualesquiera que sean los procedimientos escogidos para obtener las partes primaria y secundaria, la evolución tecnológica de los materiales ha llevado a los expertos a seleccionar a menudo compuestos adhesivos acuosos que presentan extractos secos elevados, elaborados casi siempre a partir de almidones de cereales y/o de tubérculos.

Este enfoque tiene la ventaja de disminuir la cantidad de agua a evaporar y de arrojar un resultado calórico más favorable; pero de todas formas resulta insuficiente.

Otra solución consiste en utilizar fécula de papa modificada o no. Sin embargo la fécula de papa solubilizada o simplemente hinchada no posee, con los extractos secos considerados, que sea modificada o no, la capacidad suficiente para mantener en suspensión los gránulos de almidón de la parte secundaria, cualquiera que sea su naturaleza, en particular si se trata de fécula de papa.

Por esta simple razón es absolutamente necesario prever en la parte primaria o soporte, la presencia de una materia amilácea que no provenga de la fécula de papa, por ejemplo un almidón de guisantes. Como consecuencia directa de ello es necesario prever el suministro de al menos dos materias amiláceas diferentes para este tipo de compuestos, lo cual puede constituir un handicap importante al momento de utilizarlas, en vista de las instalaciones actuales de acopio y de preparación, en particular con el procedimiento continuo.

Los compuestos elaborados a partir de almidón de leguminosas ofrecen otra posibilidad. En efecto se puede considerar que entre las distintas fuentes de materias amiláceas es fácil aprovisionarse, en buenas condiciones, en almidones de leguminosas y en particular de guisantes, sobretodo del punto de vista económico.

La propuesta correspondiente descrita en la solicitud de patente internacional WO 2004 / 044082 y depositada en nombre de la sociedad solicitante, no siempre ofrece, por más interesante que sea, todas las garantías de un desempeño plenamente satisfactorio frente a las altas exigencias de los materiales modernos, en particular en lo que se refiere a la energía necesaria al encolado.

Se considera que el uso del almidón de leguminosas, y el almidón de guisantes en particular, es primordial y esencial para conducir a la obtención de compuestos que puedan responder a todas las exigencias de los materiales modernos, en particular en cuanto a facilidad de suministros, de utilización así como en términos de reología y de desempeño.

Sin embargo la invención, tal como está descrita, sufre de falencias más o menos graves que constituyen en ciertos casos un obstáculo totalmente insuperable.

Si bien es cierto que no se puede negar las ventajas mencionadas, especialmente desde el punto de vista reológico, durante las preparaciones efectuadas de acuerdo al procedimiento "Stein-Hall", los compuestos elaborados únicamente con almidón de leguminosas o a partir de mezclas con altos contenidos de dicho almidón no resultan adecuados cuando se preparan con el procedimiento "MINOCAR".

Efectivamente, el modo de preparación típico de este procedimiento conduce a compuestos que presentan texturas especialmente cortas, lo cual constituye un obstáculo prácticamente insuperable, y totalmente imposibles de utilizar con las máquinas. Para evitar los inconvenientes de textura inadaptada es necesario disminuir considerablemente la dosificación del derivado del boro, generalmente el bórax, lo cual resulta nefasto para las propiedades del encolado.

Asimismo algunos compuestos elaborados únicamente a partir de almidón de leguminosas o a partir de mezclas con un alto contenido de dicho almidón, no presentan todas las garantías requeridas cuando se preparan de acuerdo al procedimiento "PRISTIM", especialmente en término de estabilidad de la viscosidad y del mantenimiento de la textura.

Por otra parte conviene resaltar que los técnicos tienden a presentar bases y a tener exigencias más estrictas todavía que la presente solicitud no satisface.

En efecto lo primero que buscan los técnicos son soluciones satisfactorias a nivel técnico, cualquiera que sea, en particular, el perfil de su máquina. Sus exigencias conciernen específicamente la velocidad de la máquina, pero también van más allá y se expresan en términos de costos energéticos que deberán mantenerse lo más bajo posible tanto desde el punto de vista de la alimentación de la materia celulósica y de su eventual

precalentamiento, como para el encolado de microacanaladuras y de nanoacanaladuras (por ejemplo de tipo G, N, O u otros) o de cartones pesados.

En lo que concierne a estos aspectos, el aumentar la materia seca del compuesto o el disminuir el punto de gelatinización, suponiendo que resulte compatible con un buen desempeño de la máquina, conjuntamente con la ausencia del espesamiento indeseable de la cola, no constituye sino soluciones parciales e insuficientes, en particular cuando el compuesto contiene sobretodo almidón de guisantes en parte primaria y/o secundaria.

Su alto contenido en amilosis en particular puede llevar, sea en la alimentación de los papeles, sea en su encolado, a un coste energético que el técnico no acepta.

Además se ha observado en los últimos años, desde un punto de vista meramente técnico, que las temperaturas aplicadas en las mesas calorifugadas de la máquina que permiten la gelatinización del almidón de la parte secundaria del compuesto adhesivo, revisten la mayor importancia.

Las temperaturas demasiados elevadas causan problemas de encolado, exageradamente limitado en particular a la superficie del papel, dando entonces un cartón demasiado quebradizo.

Con base en estas observaciones, se contempló la posibilidad de reducir la capacidad de calefacción de las mesas calorifugadas, lo cual satisface también a los técnicos preocupados de reducir el gasto energético.

Dichas reflexiones resultan tanto más importantes cuanto se puede observar que, en ciertas máquinas, los perfiles de calefacción se encuentran considerablemente reducidos, inclusive extremadamente reducidos, y se necesita encontrar nuevos enfoques de formulación de los compuestos utilizados.

Efectivamente el aporte de vapor puede realizarse, en ciertos casos, con baja presión, por ejemplo limitada a 2 bars como máximo, o aun más baja en mesas eventualmente consideradas como frías.

Dichas condiciones hacen que los técnicos sean cada vez más exigentes en cuanto a los aspectos térmicos. Obviamente desean mantener al mismo tiempo las velocidades de máquina a su más alto nivel y así cumplir con los criterios de productividad y rentabilidad.

Las enseñanzas que constan al respecto en la solicitud de patente internacional WO 2004 / 044082 no permiten absolver todas estas inquietudes. Y las satisfacen todavía menos si el compuesto transferido a la máquina se encuentra a temperaturas más bajas.

Además, el contenido en amilosis relativamente alto del almidón de guisantes podría, en muchos casos, constituir un handicap en la medida en que puede conducir a una demanda energética exagerada, y hasta podría constituir un obstáculo insuperable.

Dicho aspecto es susceptible de acentuarse todavía más si el cartón es pesado y si contiene un número elevado de encolados realizados a distancia de las mesas de la máquina debido a la geometría del cartón producido.

El conjunto de las limitaciones resultantes nos lleva a pensar que es necesario encontrar nuevas mejoras y que existe una verdadera necesidad de seguir adelante y dominar aun más las condiciones de utilización de los almidones de leguminosas.

La sociedad solicitante ha tenido el mérito de haber podido observar, a raíz de numerosos trabajos nuevos realizados en materia de utilización de almidones de leguminosas, y en particular de almidón de guisantes, que existían soluciones específicas de sumo interés para realizar juntas de cola en los materiales de mejor desempeño y más elaborados, especialmente en el marco de producciones particularmente económicas, particularmente para la confección de cartones pesados y el encolado de microacanaluras.

En efecto pudo darse cuenta de que las mezclas binarias de almidón de leguminosas, en particular de guisantes, y de almidón de tubérculos, en particular de fécula de papa o de yuca, resultaban muy interesantes en particular a nivel estricto de la demanda energética y/o de la temperatura necesaria al inicio de la gelatinización de dicha mezcla, y obviamente también porque cumplían con todos los demás criterios exigidos por los técnicos, a saber: número reducido de materias a utilizar, bajo costo, facilidad de suministro y buen desempeño.

Asimismo otras mezclas binarias de almidón de leguminosas, en particular de guisantes y de almidón de cereales, en particular almidón de maíz o de trigo resultaban también de gran interés en términos de gasto energético sin dejar de ser compatibles con el conjunto de las demás exigencias.

Se desprende de todas estas observaciones que algunas mezclas consideradas como "ternarias" y que contienen al mismo tiempo uno o varios almidones de leguminosas, uno o varios almidones de tubérculos y uno o varios almidones de cereales, presentan ventajas similares.

Estos aspectos resultan sumamente sorprendentes e inesperados, más aun cuando se sabe que los almidones de leguminosas, de tubérculos y de cereales tomados en forma separada no presentan ninguna de estas ventajas.

En otras palabras la presente invención tiene por objeto un compuesto adhesivo acuoso para encolado de cartón ondulado, que contiene partes denominadas primaria y secundaria, caracterizado porque la parte secundaria constituida por almidones no gelatinizados y/o por almidones hinchados, comprende esencialmente una mezcla de uno o varios almidones de leguminosas y de uno o varios almidones de cereales y/o de tubérculos, de modo que la proporción entre almidón de leguminosas y almidón de cereales y/o de tubérculos esté comprendida entre 30/70 y 90/10, preferentemente comprendida entre 40/60 y 80/20 y, más preferente aún entre 45/55 y 75/25.

Según una variante especial, la presente invención se refiere a un compuesto adhesivo acuoso caracterizado porque la parte primaria, constituida por almidones gelatinizados y/o hinchados comprende ella también, y esencialmente, una mezcla de uno o

varios almidones de leguminosas y de uno o varios almidones de cereales y/o de tubérculos de modo que la proporción entre almidón de leguminosas y almidón de cereales y/o de tubérculos esté comprendida entre 30/70 y 90/10, preferentemente comprendida entre 40/60 y 80/20, y más preferente aún entre 45/55 y 75/25.

La presente invención se refiere en particular a cualquier procedimiento de elaboración de un compuesto que presenta una parte primaria, como lo indicamos más arriba, de tipo "Stein-Hall", "Minocar", "Pristim" o cualquier producto bajo la forma de compuesto comercial seco.

La sociedad solicitante insiste en el hecho de que la formulación misma de las mezclas permite recurrir a cualquier medio adaptado, trátase de mezcladores de polvo, en funcionamiento continuo o discontinuo, en fase seca (mezcladores "VOMM") o en fase de lechada (técnica denominada "annealing" por ejemplo) o de reactores termomecánicos /extrusores "de tornillo simple" o de "doble tornillo" por ejemplo).

Estas alternativas de mezcla que constituyen otras tantas posibilidades de transformación a un costo mínimo ya que se realizan en una sola etapa, pueden desarrollarse tanto para la materia amilácea de la parte primaria como para la de la parte secundaria.

En particular pueden conducir a la utilización de almidones que presentan una mayoría de gránulos hinchados y sensibles a la acción alcalina en la parte primaria así como en la parte secundaria.

Por lo tanto la invención no excluye el caso límite en que el almidón de la parte primaria y el almidón de la parte secundaria se encuentran en estados físicos vecinos, en particular con respecto al hinchado y al volumen estérico ocupado, especialmente en un medio alcalino.

Dichos compuestos elaborados según las proporciones arriba indicadas y que toman en cuenta la diversidad de las máquinas tanto desde el punto de vista de su diseño como de su funcionamiento, permitirán conservar las ventajas que ofrece el almidón de guisantes sin aumentar el inconveniente del alto contenido en amilosis.

La utilización de mezclas idénticas en la parte primaria y en la parte secundaria presenta además una ventaja crucial a nivel de suministro de una sola materia prima.

Además debemos recalcar que, en vista de las ventajas que ofrece la fécula de papa en términos energéticos y en vista de lo antes descrito acerca de la ausencia de poder suspensivo de la fécula de papa solubilizada o hinchada frente a los gránulos de almidón en particular, puede resultar sumamente útil prever una mezcla de fécula de papa y de almidón de guisantes en la formulación de la parte primaria, para la cual las proporciones se escogerían únicamente en función del criterio de poder suspensivo; dicho procedimiento conduciría a utilizar una cantidad de almidón de leguminosas, en particular de guisantes, eventualmente más baja que aquella recomendada para las mezclas arriba mencionadas.

Otras consideraciones nos llevan a recalcar el interés que ofrece la presencia de fécula de papa en la parte secundaria. En la alimentación de los papeles y en el caso de su precalentamiento en particular, esta significa una baja retención de agua que mejora la mojabilidad de los papeles así como un bajo punto de gelatinización que permite un buen encolado con un precalentamiento reducido.

Por lo tanto existen proporciones fécula de papa/almidón de guisantes comprendidas entre 45/55 y 70/30 que pueden resultar interesantes desde ese punto de vista, que se trate de la parte primaria y/o secundaria.

Debido a la mejor estabilidad de las preparaciones, es justificado escoger mayores proporciones de fécula de papa en la parte primaria, aun por encima de esas cifras.

De todas formas dichos compuestos adhesivos acuosos se caracterizan especialmente porque el almidón de leguminosas y en particular el almidón de guisantes, presenta:

- un contenido en almidón superior a 90% (seco/seco), preferentemente superior a 95% y, más preferentemente aún, superior a 98%,
- un contenido en materias coloidales y en residuos fibrosos inferior a 1% (seco/seco),
- un contenido en proteínas inferior a 1%, preferentemente inferior a 0.5% y, más preferente aún comprendido entre 0.1 y 0.35% (seco/seco).

La invención se refiere más especialmente a un compuesto caracterizado porque el almidón de leguminosas, en particular el almidón de guisantes, presenta un contenido en amilosis comprendido entre 15 y 60%, preferentemente entre 20 y 55% y, más preferente aún entre 30 y 52%.

El compuesto de acuerdo a la invención está ventajosamente caracterizado porque contiene entre 10 y 40% en peso de la mezcla con respecto a la totalidad de dicho compuesto.

Dichas características son tanto más interesantes cuanto la mencionada fabricación es muy difícil.

En términos generales se puede considerar que la fabricación del cartón llamado "simple cara" o "doble cara" presenta mucho menos dificultades con respecto a la fabricación de los cartones "doble doble" o "triple acanaladura", hasta de "cuádruple acanaladura" o que presentan un número aun mayor de acanaladuras, de microacanaladuras, de nanoacanaladuras y/o de cartones pesados.

La sociedad solicitante tiene asimismo el mérito de proponer un procedimiento de preparación de cartón ondulado adaptado a dichos compuestos, caracterizado porque comprende, al menos una vez, las etapas que consisten en distribuir el compuesto adhesivo según la invención en las cimas de las acanaladuras de una banda de papel preconformada, en aplicar un papel o cartón plano en las cimas de las acanaladuras así revestidas y en proceder al secado.

Así, mediante el uso de compuestos de acuerdo a la invención y gracias a medios adaptados, resulta posible y fácil confeccionar cartones ondulados que cumplen con los requisitos de la técnica, inclusive para la preparación de cartones pesados, multiacanalados y/o que presentan microacanaladuras.

Las mezclas en el sentido de la invención constituyen felizmente una herramienta o medio sencillo especialmente si se las utiliza en forma idéntica en parte primaria y en parte secundaria, poco oneroso, de fácil suministro en particular con respecto a los almidones de tubérculos, poco sensible a la regulación, de buen desempeño bajo reserva que dichas mezclas se efectúen en las proporciones recomendadas según formulaciones adaptadas.

Así se puede observar que el prever una mezcla de almidón de acuerdo a la invención esencialmente en la parte secundaria, y eventualmente en la parte primaria del compuesto adhesivo, tiene un efecto muy positivo en el conjunto de los criterios arriba mencionados, o sea que mejora el conjunto de los parámetros de funcionamiento así como todas las características útiles para los cartones ondulados, y en particular mejora sensiblemente el "tack" o adherencia, el encolado denominado "à vert", la velocidad de desarrollo del encolado y la calidad del mismo, al mismo tiempo que reduce drásticamente el gasto energético necesario a la obtención de los resultados esperados.

Con respecto a lo último es importante recalcar que los compuestos de acuerdo a la invención se adaptan y son compatibles con la aparición, en ciertas máquinas, de perfiles de calefacción reducidos, en particular de aporte de vapor bajo presión reducida, por ejemplo bajo presión de 2 bars máximo, y aún de mesas denominadas mesas frías.

En forma algo diferente se observó que en las máquinas más convencionales era posible y hasta deseable reducir sensiblemente el número y/o la temperatura de las mesas calorifugadas.

Ocurre además que las observaciones siguen siendo válidas, e inclusive resultan más interesantes, cuando se transfiere el compuesto a una temperatura relativamente baja.

Es más, la sociedad solicitante considera que para la preparación de compuestos adhesivos de acuerdo a la invención es totalmente posible utilizar únicamente mezclas de almidones de leguminosas, de tubérculos y/o de cereales no modificados, ni químicamente ni por cualquier otro medio.

Sin embargo es obvio que convienen aun más los almidones modificados, simultánea o separadamente, en particular eterificados o esterificados, y se los toma en cuenta en el marco de la invención.

A pesar de tener un costo generalmente más elevado, el uso de estas materias se justifica por sus propiedades reológicas y la estabilidad de las colas, para el encolado "à vert", por el desarrollo y la calidad del encolado así como por su resistencia al compararlas con las características obtenidas con almidones no modificados.

Se puede en particular utilizar mezclas de almidones modificados o no, parcialmente oxidados o hidrolizados mediante al menos un ácido o una enzima, para la elaboración de compuestos de altas materias secas, de manera a adaptar la viscosidad.

Otra solución interesante para la preparación de la parte primaria consiste en preparar el soporte utilizando un dispositivo de cocción llamado "de vapor directo", en particular en continuo.

Otras modificaciones son posibles, en particular las modificaciones físicas, por ejemplo operaciones termomecánicas como la pregelatinización en tambores secadores o extrusión, o modificaciones térmicas como aquellas conocidas por los técnicos con el nombre de "Hot Moisture Treatment (HMT)" o "Annealing".

Algunos polímeros que presentan generalmente una fuerte viscosidad y conocidos para este tipo de usos tales como los derivados de la celulosa, de los alcoholes de polivinilo, de los acetatos de polivinilo o de la polivinilo-pirolidona pueden constituir un aporte adicional, en particular en la parte primaria.

Además, se puede recurrir a unos agentes de reticulación o a una resinas preconformadas desde que las obligaciones industriales necesitarán que las juntas de cola obtenidas mediante los compuestos de acuerdo a la invención sean resistentes a la humedad o al agua.

Además, los compuestos de acuerdo a la invención cumplen más fácilmente con los requisitos específicos de resistencia a la humedad o al agua sin dañar el medio ambiente ni deteriorar las condiciones de higiene y de salubridad, cuando contienen una resina formolada o no, y/o un agente de resistencia al agua no sintético y no formolado adecuadamente seleccionado.

Se observó en particular que la proporción seleccionada de almidón de leguminosas, especialmente de almidones de guisantes, permitía preservar, en igualdad de condiciones para todo lo demás, las ventajas ofrecidas por el almidón de leguminosas con respecto a la resistencia a la humedad o al agua, siempre que la proporción de amilosis de dicho almidón esté comprendida entre 15 y 60%, preferentemente entre 20 y 55% y, más preferente aún entre 30 y 52%.

Se observó asimismo que, en condiciones adaptadas, era posible reducir las cantidades de resina formolada o no, y/o el agente de resistencia al agua no sintético y no formolado.

Se constató también más precisamente que existían medios fáciles de implementar que consistían en utilizar agentes que mejoran la resistencia al agua, de forma complementaria y en poca cantidad y con mínimas modificaciones en las formulaciones, como aquellos seleccionados por ejemplo entre sales de tipo sulfatos, en particular de zinc, de cobre o de alúmina, el fosfato de diamonio o también un compuesto portador de circonio.

En el marco de un compuesto adhesivo de acuerdo a la invención, es posible asociar en particular las resinas normalmente añadidas para obtener una resistencia adecuada al agua,

como las resinas no formoladas o formoladas diversas, de tipo urea-formol, cetona-formol, resorcina-formol o fenol-formol en particular que presentan generalmente una capacidad de by-pass y/o un carácter hidrófobo intrínseco, con sulfatos, especialmente de zinc o de alúmina.

Según una variante, un compuesto adhesivo de acuerdo a la invención y satisfactorio desde este punto de vista, se caracteriza porque se encuentra libre de resina formolada o aun de resina sintética y comprende una cantidad eficiente de agente químico escogido entre los sulfatos, en particular de zinc, de alúmina o de cobre, los sulfatos portadores de circonio o los fosfatos de diamonio.

Se entiende por la expresión “cantidad eficiente” una cantidad de resina o de agente químico al menos igual a la cantidad necesaria para que dicho compuesto adhesivo le confiera al cartón ondulado final características de resistencia al agua que cumplen con los criterios de la prueba FEFCO N°. 9.

Por medio de los ejemplos presentados a continuación, describiremos más detalladamente los diferentes aspectos de la presente invención relativos a la formulación y elaboración de compuestos adhesivos usuales. Dichos ejemplos no son en ningún caso limitativos.

Ejemplo 1:

Se elaboran dos compuestos adhesivos de tipo “Stein-Hall”, uno diseñado a partir de un solo almidón de guisantes nativo AP, es decir no modificado, según la descripción del documento WO 2004 / 044082, y otro diferente del primero por lo que contiene, en la parte secundaria, una mezcla de almidón de guisantes nativo (AP) y de fécula de papa nativa (FPT) en una proporción 80/20.

El almidón de guisantes presenta un contenido en almidón superior a 95%, un contenido en proteínas de 0.30% y en sustancias coloidales inferior a 1%.

El contenido en amilosis de dicho almidón es de 35,7%.

Los dos compuestos obtenidos, especialmente útiles para el encolado del cartón ondulado llamado “triple acanaladura”, se comparan a una formulación convencional que utiliza en fase primaria el almidón de maíz nativo AM y en fase secundaria, la fécula de papa nativa FPT.

Los parámetros esenciales son los siguientes:	Almidón de guisantes (AP) WO 2004/044082	Almidón de guisantes (AP) + fécula de papa (FPT) (Inventiva)	Almidón de maíz (AM)/fécula de papa (FPT)
---	--	--	---

parte primaria:

agua	370 ml	370 ml	370 ml
almidón	Ap:35 g	AP: 33 g	AM: 42 g
calefacción	32° C	32° C	32° C
soa pura/agua	6,3g/10 ml	6,2g/10 ml	4,6g/10ml
Agitación	11 minutos	11 minutos	11 minutos

Parte secundaria:

Agua	665 ml	665 ml	665 ml
Almidón	AP: 414,5 g	AP: 333 g	
		FPT: 83,5 g	FPT: 407,5 g
Bórax	3.08 g	3.08 g	2.08 g
Agitación	12 minutos	12 minutos	12 minutos
Viscosidad Lory	30 segundos	21.5 segundos	24.5 segundos
Viscosidad Brookfield	480 mPa.s	430 mPa.s	550 mPa.s
Índice de refracción	4.3	4.1	4.3

En el laboratorio se procede a un encolado llamado “doble cara”:

Punto de gelatinización –			
Parte secundaria después ensamble	45° C	46° C	48.5° C

Encolado à vert – 95° C			
en aparato Strohleir			
Tiempo abierto O:T: 0	17.5 seg.	16 seg.	12.9 seg.
Tiempo abierto O.T. 5	12 seg.	12.9 seg.	11 seg.

Así se constata que en el marco de compuestos obtenidos y mantenidos a bajas temperaturas, aquí en 32° C, las enseñanzas del procedimiento anterior presentado en la solicitud de patente internacional WO 2004 / 044082 no permiten evidenciar, en el laboratorio, ventaja alguna al utilizar el almidón de guisantes en forma general, ni aun al recurrir a una mezcla, almidón de guisantes 80% / fécula de papa 20% utilizada en la parte secundaria.

A la inversa, las observaciones que pueden efectuarse en la máquina, en particular en términos de velocidad de la máquina y de la calidad del encolado, evidencian claramente la ventaja que ofrece la utilización de almidón de guisantes y de mezclas de almidón de guisantes/fécula de papa en las proporciones preconizadas en el marco de esta invención, en particular durante la elaboración de cartones “doble-doble”, “triple acanaladura” y “cuádruple acanaladura”,

Más allá, los límites de los compuestos de acuerdo al procedimiento anterior, que se elaboren a partir de almidón de maíz y de fécula de papa o de un solo almidón de guisantes, se vuelven más obvios cuando disminuyen o varían los aportes energéticos, como por ejemplo aquellos provocados por una baja de presión del vapor que alimenta la máquina.

Ejemplo 2:

Con el fin de entender mejor el fenómeno observado, se procede ahora a una comparación directa en la máquina durante la fabricación de cartones "triple acanaladura", a partir de compuestos de tipo "Stein-Hall", ambos preparados a partir de almidón de guisantes nativo en la parte primaria y que contienen respectivamente en su parte secundaria, almidón de guisantes nativo o una mezcla de acuerdo a la invención que contiene 70% de almidón de guisantes nativo y 30% de fécula de papa nativa.

Se procede a una segunda comparación similar, a partir de una formulación diseñada para el encolado de cartones "doble-doble".

Materias: primaria secundaria	Formulación para triple acanaladura (TA)	Formulación para cartón Doble-Doble (DD)
<u>Parte primaria:</u>		
Agua	600	600
Almidón de guisantes	73	82
Calefacción	30° C	30° C
Sosa	29 litros	29 litros
Agitación	15 minutos	15 minutos
<u>Parte secundaria:</u>		
Agua	1.500	1.575
Bórax (primer añadido)	7	6
	A: AP 775	A: AP 655
Materia amilácea	B: AP 542.5 + FPT 232.5	B: AP 458.5 + FPT 196.5
Bórax (2do añadido)	5	4
Agitación	15 minutos	15 minutos
<u>Total : agua</u>	2.100	2.175
<u>Total amilácea</u>	848	737
<u>Materia seca global</u>	28.8%	26.5%

<u>Viscosidad Lory</u>	30 segundos	27 segundos
<u>Temperatura de gelatinización</u>	48° C	49° C

Cuando se utilizan compuestos de tipo “B” que contienen en la parte secundaria una mezcla de almidón de guisantes y de fécula de papa en la proporción 70/30, se observa un aumento sensible de la velocidad de la máquina con respecto al compuesto de tipo “A”. Aumenta aproximadamente en 50% con una regulación idéntica de las mesas calorifugadas.

La ganancia de producción registrada refleja una necesidad de energía térmica sensiblemente inferior en caso de utilizar formulaciones de tipo B de acuerdo a la invención, con respecto a las formulaciones de tipo A, para obtener un encolado de calidad.

Por lo tanto el balance energético resulta muy favorable al utilizar la mezcla de almidón de guisantes y de fécula de papa.

Se observa además que las formulaciones A y B presentan características reológicas vecinas y que es posible conservar, por lo tanto, las mismas deposiciones de cola y espesor de película.

Ejemplo 3:

Se preparan dos compuestos adhesivos de tipo Stein-Hall, diseñados para el encolado de cartones doble-doble (“DD”), que contienen ambos almidón de maíz nativo, solo, en la parte primaria.

La formulación C comprende una mezcla de almidón nativo y de fécula de papa nativa en la parte secundaria.

En comparación, la fórmula D comprende una mezcla de maíz nativo y de almidón de guisantes nativo en la parte secundaria.

Materias: primaria	Formulación C -	Formulación D
secundaria	Secundaria: almidón de maíz - fécula de papa	Secundaria: almidones de maíz y de guisantes

Parte primaria:

Agua	960	960
Almidón de maíz	145	147
Calefacción	40° C	42° C
Sosa	46 kilos	45 kilos
Agitación	15 minutos	15 minutos

Parte secundaria:

Agua	1.710	1.710
Bórax (primera añadido)	6	6
	AM: 300	AM: 330 (40%)
Materia amilácea	FPT: 600	AP: 500 (60%)
Bórax /2do añadido)	5	5
Agitación	18 minutos	18 minutos
<u>Total : agua</u>	2.670	2.670
<u>Total amilácea</u>	884	860
<u>Materia seca global</u>	23.35 %	23.15 %
<u>Viscosidad Lory</u>	25 segundos	25 segundos
<u>Temperatura de gelatinización</u>	51° C	51° C

Se observa en la máquina que la utilización de la formulación D que contiene la mezcla de almidón de maíz y de almidón de guisantes nativo permite disminuir la deposición de cola y producir un cartón más seco, con velocidades idénticas y calidades de encolado comparables.

Una vez más el balance energético resulta muy favorable al utilizar una mezcla según la invención que contiene almidón de guisantes y, esta vez, almidón de maíz.

Ejemplo 4:

Se preparan dos compuestos, E de acuerdo a la invención y F según el procedimiento anterior, que contienen en su parte secundaria respectivamente, una mezcla de almidón de maíz nativo/almidón de guisantes nativo y una mezcla de almidón nativo/fécula de papa nativa.

Además, la formulación E presenta una parte primaria también constituida por una mezcla de almidón de maíz nativo/almidón de guisantes nativo, siendo mayoritario este último, mientras que la formulación F solo contiene el almidón de maíz nativo en la fase primaria.

Tales compuestos resultan útiles para el encolado "simple cara"

Materias: primaria secundaria	Formulación E - primaria y secundaria: AM/AP	Formulación F secundaria: AM/FPT
Parte primaria:		
Agua	1.200	1.200
Materia amilácea	AP: 100 (62.5%) AM: 60 (37.5%)	AM: 167
Calefacción	40° C	33° C
Sosa	52.5 kilos	48 kilos
Agitación	15 minutos	15 minutos
Parte secundaria:		
Agua	2.100	2.100
Bórax (primer añadido)	7.8 AM: 650 (74%)	7.8 AM: 805
Materia amilácea	AP: 230 (26%)	FPT: 250
Bórax /2do añadido)	5.4	5.4
Agitación	15 minutos	15 minutos
<u>Total : agua</u>	3.300	3.300
<u>Total amilácea</u>	915	1.060
<u>Materia seca global</u>	20.7 %	23.1 %
<u>Viscosidad Lory</u>	18 segundos	21 segundos
<u>Temperatura de gelatinización</u>	52° C	52° C

En este caso el balance energético también resulta favorable. Se lo expresa en forma diferente, recalcando el hecho de que, para una misma velocidad de fabricación, la calidad del encolado es sensiblemente superior con el compuesto E de acuerdo a la invención, con respecto a la formulación F.

Ejemplo 5:

Los dos compuestos E y F del ejemplo 4 se utilizan ahora para el encolado de una microacanaladura de tipo G. La obtención de un encolado satisfactorio, con la formulación F, requiere la utilización del conjunto de las mesas calorifugadas de la máquina, o sea de 20 mesas alimentadas con vapor de 14 bars. Por su parte, la formulación E permitió modificar

muy sensiblemente el perfil de calefacción. Efectivamente, fue posible reducir a 5 bars la presión de vapor para las cuatro primeras y las seis últimas.

Ejemplo 6:

Se realiza una prueba industrial con miras a comparar los desempeños del almidón de guisantes, solo, utilizado en las partes primaria y secundaria por una parte y, por otra, de una mezcla con 50% de almidón de guisantes y 50% de fécula de papa, también utilizada tanto en la parte primaria como en la secundaria.

Se decide utilizar estos dos tipos de compuestos para efectuar una prueba considerada como particularmente fehaciente, es decir sobre dos cualidades pesadas distintas del cartón "doble-doble".

A partir de las preparaciones con 33% de materias secas, que presentan un punto de gelatinización próximo a 48° C, es fácil comprobar la superioridad del compuesto derivado de la mezcla.

Efectivamente, la ganancia de velocidad alcanza 40 metros por minuto. Dicho beneficio se atribuye en particular a la mayor eficacia del precalentamiento de los papeles, si lo hay, cuando la mezcla contiene fécula de papa, así como a la gelatinización más rápida de la parte secundaria.

En el marco de una preparación de tipo "Stein-Hall", los tres primeros ejemplos ilustran las ventajas que presentan las mezclas realizadas a partir de almidón de guisantes cuando se las utiliza en la parte secundaria del compuesto, que se trate de tipo "almidón de leguminosas – almidón de tubérculos" o de "almidón de leguminosas – almidón de cereales".

Los tres ejemplos siguientes se refieren a compuestos donde las mezclas están presentes tanto en la parte primaria como en la secundaria.

Los compuestos derivados de mezclas de acuerdo a la invención presentan comportamientos reológicos, desempeños de encolado y/o ventajas económicas comprobadas con respecto al procedimiento anterior. La conclusión sigue siendo válida cuando se los compara en particular con compuestos que contienen únicamente almidón de guisantes en la fase primaria y/o en la fase secundaria.

Ejemplo 7:

Se elabora un compuesto adhesivo de tipo "Minocar", diseñado a partir de un solo almidón de guisantes nativo AP de acuerdo a las enseñanzas del documento WO 2004 / 044082.

El almidón de guisantes es el mismo del ejemplo 1, con un contenido en almidón superior a 95%, un contenido en proteínas de 0.30% y una proporción de sustancias coloidales inferior a 1%. El contenido en amilosis es de 35.7%.

De acuerdo al principio que rige dicho método, se procede en el laboratorio al hinchado solo parcial y controlado dentro del agua de una cantidad relativamente importante de almidón, la cual constituirá la parte primaria o soporte, a diferencia del procedimiento "Stein-Hall" en el cual se gelatiniza cuidadosamente el almidón primario. Los elementos relativos a la preparación de la parte primaria del compuesto son los siguientes:

Primario:

Agua	765
Almidón de guisantes	143
Temperatura	33° C
Sosa/agua (g/g) introducción en 5 minutos	4.9/10

Se agita el conjunto a 1.750 revoluciones por minuto. Se para la reacción después de 9 minutos al añadir el agua destinada a la parte secundaria.

Secundario:

Agua	209
Almidón de guisantes	285
Agua	79
Bórax	4.0

Ahora que la preparación está completa, se la agita durante 15 minutos a 1.750 revoluciones por minuto.

A continuación se procede a las mediciones de viscosidad convencionales, a saber la viscosidad Lory y la Brookfield.

Indican respectivamente 19.5 segundos y 2.425 mPa.s, lo cual es típico de un compuesto que presenta una textura sumamente corta. Esta única observación permite deducir que el compuesto resulta totalmente inadecuado para la aplicación.

Se puede expresar este estado de incumplimiento al definir la relación B/L (Viscosidad Brookfield/viscosidad Lory). La relación, igual a 124, se encuentra muy lejos

de las normas seleccionadas por la sociedad solicitante que se sitúan aproximadamente en 40-50.

Ejemplo 8:

Se procede entonces a comparar unos compuestos que comprenden, respectivamente, tanto en la parte primaria como en la secundaria:

- solo almidón de guisantes (formulación M1),
- una mezcla con 75% de almidón de guisantes y 25% de fécula de papa (formulación M2),
- una mezcla con 50% de almidón de guisantes y 50% de fécula de papa (formulación M3).

Estas tres formulaciones conducen a la obtención de compuestos que presentan las características siguientes:

	M1	M2	M3
Primario:			
Agua	765	765	765
Almidón de guisantes	143	107.25	71.5
Fécula de papa	0	35.75	71.5
Temperatura	33° C	33° C	33° C
Sosa/agua (g/g)	5.1/10	5.1/10	4.9/10
Velocidad de agitación (revoluciones por minuto)	800	800	800
Tiempo de reacción (minutos)	10.5	9	7

Para parar la reacción, se introduce bajo fuerte agitación (1.750 revoluciones por minuto)el agua de la parte secundaria.

	M1	M2	M3
Secundario:			
Agua	209	209	209
Almidón de guisantes	285	213.75	142.5
Fécula de papa	0	71.25	142.5
Agua	79	79	79
Bórax	4	4	4

Se mantiene la agitación durante 15 minutos. Las viscosidades y la relación B/L se establecen de acuerdo al cuadro presentado a continuación:

	M1	M2	M3
Viscosidad Lory (segundos)	16,5	18	19
Viscosidad Brookfield (mPa.s)	2.550	990	700
Relación B/L	154.5	55	37
Punto de gelatinización	45° C	46° C	46° C

Si bien se confirma que la textura del compuesto de tipo "Minocar" con el solo almidón de guisantes resulta inadecuada, sin embargo 25% de fécula de papa basta para establecer una relación B/L conveniente.

Más allá, y ello es especialmente cierto para la mezcla 50/50, los compuestos de acuerdo a la invención permiten un mejor mojado de los papeles, en particular cuando se precalienta antes de alimentar la máquina. Entonces mejora la velocidad de cuajado de la cola.

Y es más, al igual que los compuestos de tipo Stein-Hall, dichas formulaciones permiten reducir sensiblemente el gasto energético conjuntamente con un aumento de la velocidad de la máquina.

Ejemplo 9:

Se elaboran dos compuestos P1 y P2 de tipo "Pristim", para los cuales se obtiene la parte primaria por efecto térmico, en ausencia de agente alcalino.

Se prepara P1 utilizando únicamente el almidón de guisantes nativo del ejemplo 1 y P2, empleando para las partes primaria y secundaria una mezcla que incluye 50% de almidón de guisantes y 50% de fécula de papa.

	P1 (procedimiento anterior)	P2 (de acuerdo a la invención)
Primario:		
Agua en 50° C	618	618
Materia amilácea	73	80
Primera calefacción – agitación		
2.000 revoluciones por minuto	66° C- 2mn	64° C- 2mn
Segunda calefacción – agitación		
2.000 revoluciones por minuto	72° C – 20mn	70° C- 20mn
Secundario:		
Agua	1.103	1.103
Bórax	3	3
Materia amilácea	742	735
Sosa/agua	2.5/221	3.5/221
Bórax	3	3
Agitación: 2.000 rev./mn	10 mn	10 mn

Durante esta etapa de la preparación en sí, se observa que las temperaturas necesarias a la gelatinización ya son, con P1, relativamente bajas con respecto a las temperaturas que se debe alcanzar con otras materias amiláceas, en particular con los almidones de cereales, de maíz o de trigo.

Con P2 y el aporte de la fécula de papa en la mezcla utilizada, la temperatura de gelatinización baja aún más, de 2° C o más.

Estas condiciones de preparación permiten, a escala industrial, un almacenamiento a una temperatura suficientemente baja (aproximadamente 35° C) para que no resulte necesario prever una instalación adaptada al mantenimiento de la temperatura como el aislamiento de la cuba por ejemplo.

Las características relativas a la viscosidad por escurrimiento (Lory) y a la cizalladura (Brookfield), así como la relación B/L, son:

	P1	P2
Viscosidad Lory (segundos)	15	17
Viscosidad Brookfield (mPa.s)	690	590
Relación B/L	46	35

Estos datos permiten plantear un diagnóstico de cumplimiento garantizado en cuanto al desempeño de los compuestos recientemente preparados.

Más allá, sin embargo los compuestos P1 y P2 son sometidos a pruebas de envejecimiento en almacenamiento, durante 24 horas a temperatura ambiente, y posteriormente a una cizalladura de 2.000 revoluciones por minuto de tal modo que se simule las condiciones de funcionamiento en la máquina y así poder observar su reactividad al volver a utilizarlos después de un tiempo de reposo y/o tiempo de almacenamiento.

	P1	P2
5 minutos a 2.000 rev/mn		
Viscosidad Lory (segundos)	Medición Imposible	46
Viscosidad Brookfield (mPa.s)	4.500	1.020
Relación B/L5	---	22
10 minutos a 2.000 rev/mn		
Viscosidad Lory (segundos)	Superior a 60	27.5
Viscosidad Brookfield (mPa.s)	3.900	910
Relación B/L10	---	33
15 minutos a 2.000 rev/mn		
Viscosidad Lory (segundos)	41	20
Viscosidad Brookfield (mPa.s)	2.850	780
Relación B/L15	69.5	39

Estas pruebas de envejecimiento y de reutilización de las preparaciones comprueban la mejor aptitud del compuesto de acuerdo a la invención con respecto al compuesto que contiene un solo almidón de guisantes.

REIVINDICACIONES

1. Compuesto adhesivo para encolado de cartón ondulado que contiene partes primaria y secundaria, caracterizado porque la parte secundaria, constituida por almidones no gelatinizados y/o almidones hinchados, comprende esencialmente una mezcla de almidones de leguminosas y de almidones de cereales y/o de tubérculos, de modo que la proporción entre el almidón de leguminosas y almidón de cereales y/o de tubérculos esté comprendida entre 30/70 y 90/10, preferentemente comprendida entre 40/60 y 80/20 y, más preferente aún entre 45/55 y 75/25.
2. Compuesto de acuerdo a la reivindicación 1, caracterizado porque la parte primaria, constituida por almidones gelatinizados y/o almidones hinchados, comprende esencialmente una mezcla de almidones de leguminosas y almidones de cereales y/o de tubérculos, de modo que la proporción entre almidón de leguminosas y almidón de cereales y/o de tubérculos esté comprendida entre 30/70 y 90/10, preferentemente comprendida entre 40/60 y 80/20 y, más preferente aún entre 45/55 y 75/25.
3. Compuesto de acuerdo a la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el almidón de leguminosas y en particular el almidón de guisantes, presenta:
 - Un contenido en almidón superior a 90% (seco/seco), preferentemente superior a 95% y, más preferente aún a 98%.
 - Un contenido en materias coloidales y en residuos fibrosos inferior a 1% (seco/seco).
 - Un contenido en proteínas inferior a 1%, preferentemente inferior a 0.5% y, más preferente aún comprendido entre 0.1 y 0.35% (seco/seco).
4. Compuesto de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el almidón de leguminosas, en particular el almidón de guisantes, presenta un contenido en amilosis comprendido entre 15 y 60%, preferentemente entre 20 y 55% y, más preferente aún entre 30 y 52%.
5. Compuesto de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque comprende entre 10 y 40% en peso de la mezcla con respecto a la totalidad de dicho compuesto.
6. Compuesto de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la mezcla de almidón es una mezcla de almidones de leguminosas y de almidón esencialmente derivado de tubérculos, en particular de la papa.

7. Compuesto de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque se presenta en forma comercial seca, es decir libre de agua y que no tenga más que el agua de constitución de sus partes constitutivas.
8. Compuesto de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque comprende:
 - De 0.3 a 5% en peso de una sustancia alcalina con respecto a la totalidad de dicho compuesto.
 - De 0.01 a 5% en peso de bórax o de cualquier otro compuesto químico portador de boro con respecto al almidón total,
9. Procedimiento de preparación de cartón ondulado, caracterizado porque comprende, al menos una vez, las siguientes etapas:
 - Aplicación en las cimas de las acanaladuras de una banda de papel preconformada con un compuesto de acuerdo a cualquier reivindicación 1 a 8.
 - Aplicación de un papel o de un cartón plano en las cimas de las acanaladuras así revestidas con el compuesto.
 - Secado.
10. Cartón ondulado caracterizado porque comprende un compuesto de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.
11. Cartón ondulado de acuerdo a la reivindicación 10, caracterizado porque presenta una resistencia al agua según los criterios definidos por la prueba FEFCO nº. 9.
12. Utilización para el encolado de cartones ondulados de una mezcla de almidones de leguminosas, en particular de guisantes, y de almidones de cereales y/o de tubérculos, estando la relación entre el almidón de leguminosas y almidón de cereales y/o de tubérculos comprendida entre 40/60 y 80/20, preferentemente comprendida entre 40/60 y 80/20 y, más preferente aún entre 45/55 y 75/25, y presentando el almidón de guisantes un contenido en amilosis comprendido entre 15 y 60%, preferentemente entre 20 y 55% y, más preferente aún entre 30 y 52%.



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 22 DEC. 2005

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
28 bis, rue de Saint-Petersbourg
75000 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr



26 bis, rue de Saint Pétersbourg - 75800 Paris Cedex 08

BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354*03

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 1/2

BR1

Télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DE 540 017/03/03

REMISE DES PIÈCES DATE 7 FEV 2005 LIEU 75 INPI PARIS B N° D'ENREGISTREMENT 0501215 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE 07 FEV. 2005 PAR L'INPI		1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE CABINET PLASSERAUD 65/67 rue de la Victoire 75440 PARIS CEDEX 09	
Vos références pour ce dossier (facultatif) BFF050045		☐ N° attribué par l'INPI à la télécopie	
2 NATURE DE LA DEMANDE Demande de brevet ☒ Demande de certificat d'utilité ☐ Demande divisionnaire ☐ Demande de brevet initiale N° _____ Date _____ ou demande de certificat d'utilité initiale N° _____ Date _____ Transformation d'une demande de brevet européen Demande de brevet initiale N° _____ Date _____		Cochez l'une des 4 cases suivantes ☒ ☐ ☐ ☐	
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) COMPOSITION ADHESIVE AQUEUSE CONTENANT UN PRODUIT DE MELANGE A BASE D'AMIDON DE LEGumineuses			
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ ☐ S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)		☒ Personne morale ☐ Personne physique	
Nom ou dénomination sociale _____ Prénoms _____ Forme juridique _____ N° SIREN _____ Code APE-NAF _____ Domicile ou siège Rue _____ Code postal et ville _____ Pays _____ Nationalité _____ N° de téléphone (facultatif) _____ Adresse électronique (facultatif) _____		ROQUETTE FRERES Société Anonyme 3 5 7 2 0 0 0 5 4 6 2 1 3 6 LESTREM Française N° de télécopie (facultatif) _____ ☐ S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	

Remplir impérativement la 2^{ème} page



BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE
page 2/2

BR2

REMISE DES PISTES DATE 7 FEV 2005 LIEU 75 INPI PARIS B N° D'ENREGISTREMENT 0501215 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI	
[6] MANDATAIRE (s'il y a lieu) Nom _____ Prénom _____ Cabinet ou Société _____ Nationalité _____ N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel _____ Adresse Rue 65/67 rue de la Victoire Code postal et ville [7 5 4 4 0] PARIS CEDEX 09 Pays FRANCE N° de téléphone (facultatif) 01 40 16 70 00 N° de télécopie (facultatif) 01 42 80 01 59 Adresse électronique (facultatif) _____		CABINET PLASSERAUD	
[7] INVENTEUR (S) Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques ☐ Oui ☒ Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)	
[8] RAPPORT DE RECHERCHE Établissement immédiat ou établissement différé		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation) ☒ Établissement immédiat ☐ Établissement différé Choix à faire obligatoirement au dépôt (cf. Notice explicative Rubrique 8)	
[9] RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques ☐ Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) ☐ Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG _____	
[10] SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS Le support électronique de données est joint La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe		☐ Cochez la case si la description contient une liste de séquences ☐ ☐	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Sulte», indiquez le nombre de pages jointes			
[11] SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Didier BOULINGUIEZ N° 92-1035		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

**COMPOSITION ADHESIVE AQUEUSE CONTENANT UN PRODUIT DE
MELANGE A BASE D'AMIDON DE LEGUMINEUSES**

L'invention concerne une composition adhésive, aqueuse
5 contenant, en tout ou partie, un produit de mélange
comprenant au moins un amidon de légumineuses et au moins
un amidon issu de céréales et / ou de tubercules, destinée
à l'assemblage de cartons ondulés.

Elle concerne plus particulièrement une composition
10 adhésive aqueuse présentant une partie primaire, constituée
essentiellement d'amidon(s) gélatinisé(s) et / ou
gonflé(s), et une partie secondaire, constituée
essentiellement d'amidon(s) non gélatinisé(s) et / ou
d'amidon(s) gonflé(s).

15 Elle concerne, plus précisément, une composition
adhésive aqueuse destinée à l'assemblage de cartons
ondulés, dont la partie secondaire est élaborée à partir
d'un produit de mélange comportant au moins un amidon de
légumineuses et au moins un amidon issu de céréales et / ou
20 de tubercules.

Dans ce cas, la partie primaire peut être élaborée à
partir d'un seul amidon, notamment de pois, mais peut
l'être aussi à partir d'un produit de mélange comportant au
moins un amidon de légumineuses et au moins un amidon issu
25 de céréales et / ou de tubercules, notamment à partir du
même mélange que celui participant à la partie secondaire.

Elle vise aussi un procédé de préparation de carton
ondulé faisant appel à une composition selon l'invention
comprenant un produit de mélange tel que défini dans sa
30 partie secondaire et, facultativement, dans sa partie
primaire.

Elle concerne encore le carton ondulé obtenu par les
moyens selon l'invention.

La présente invention concerne un produit de mélange d'au moins un amidon de légumineuses et d'au moins un amidon issu de céréales et / ou de tubercules, et son utilisation pour l'élaboration de la partie secondaire et, facultativement, de la partie primaire d'une composition selon l'invention.

Par « légumineuses » au sens de la présente invention, on entend plus particulièrement la famille des papilionacées, dont les représentants les plus importants sont le haricot, le pois, la lentille, la fève, la luzerne, le trèfle, le lupin.

Par « amidon de légumineuses » au sens de la présente invention, on entend les amidons extraits de légumineuses et, en particulier, de pois, présentant notamment une richesse en amidon élevée, en particulier, supérieure à 90% (sec/sec), parallèlement à une teneur très faible, avantageusement inférieure à 1% (sec/sec) en matières colloïdales et en résidus fibreux.

De manière préférentielle, la richesse en amidon est supérieure à 95%, de préférence encore, supérieure à 98% (sec/sec).

Parallèlement, la teneur en protéines est faible, soit inférieure à 1%, de préférence, inférieure à 0,5%, préférentiellement encore, comprise entre 0,1 et 0,35% (sec/sec).

Par « composition adhésive aqueuse » au sens de la présente invention, on entend toute composition adhésive aqueuse, destinée notamment à la confection de cartons ondulés, comportant une partie d'amidon(s) solubilisé(s) et / ou gonflé(s), dite support ou partie primaire, présentant des propriétés suspensives suffisantes, notamment vis-à-vis d'amidon granulaire, et une partie d'amidon(s) non solubilisé(s) et / ou seulement hydraté(s), c'est-à-dire se trouvant à l'état de granules insolubles et / ou de

granules au moins partiellement gonflés, aussi appelée partie secondaire.

Par exemple, de telles compositions faisant appel, en partie secondaire, à un amidon à l'état de granules insolubles, sont le plus souvent élaborées selon les principes connus de l'homme de l'art sous le nom de « procédé Stein-Hall ».

En vertu des règles inhérentes à ce procédé ou à d'autres qui lui sont voisins comme le procédé dit « MINOCAR » (brevet européen EP 0 038 627), on associe au moins un amidon, de l'eau et un agent alcalin. Le chauffage de cet ensemble, modéré en cuve ouverte ou vif, à la vapeur ou au moyen d'un cuiseur continu, permet d'obtenir un simple épaissement ou de parvenir à une solution colloïdale alcaline présentant notamment des caractéristiques rhéologiques et de capacité de maintien en suspension de particules insolubles et / ou seulement hydratées, adaptées.

Cette procédure constitue un mode de préparation de la partie dite « primaire » ou « support ».

Selon d'autres règles suivies pour ces procédés, on prépare, à la température d'alimentation de l'eau, une dispersion rassemblant au moins eau et un ou plusieurs amidons à l'état granulaire. Le plus souvent, on leur associe un dérivé du bore, couramment, le borax. Le lait obtenu forme la partie « secondaire ».

On procède à un mélange soigneux des parties primaire et secondaire selon diverses modalités, continues ou discontinues.

Selon une variante, il est possible d'ajouter à la partie primaire, successivement, eau, amidon(s) granulaire(s) et, le plus souvent, le borax.

Ces procédés conduisent à des compositions aqueuses adhésives dont l'extrait sec final, paramètre essentiel, varie, couramment, entre 20 et plus de 30%.

Un autre procédé, comportant une partie primaire
5 comprenant au moins un amidon solubilisé, et une partie
secondaire constituée d'au moins un amidon sous forme de
granules, est connu sous le nom de « PRISTIM® » (brevet
européen EP 0 229 741, au nom de la Demanderesse). Dans le
cadre de ce procédé, la partie primaire (support) est
10 préparée par augmentation sensible de la température et
sans agent alcalin.

Quel que soit les modalités choisies, pour accéder
aux parties primaire et secondaire, l'évolution
technologique des matériels a conduit l'homme de l'art à
15 s'orienter vers des compositions adhésives aqueuses à
extraits secs élevés, élaborées, le plus souvent, à partir
d'amidons de céréales et / ou de tubercules.

Une telle démarche offre l'intérêt de diminuer la
quantité d'eau à évaporer et de parvenir à un bilan
20 calorique plus favorable mais apparaît, malgré tout,
insuffisante.

Une autre solution consiste à utiliser la fécule de
pomme de terre, modifiée ou non. Toutefois, la fécule de
pomme de terre, solubilisée ou seulement gonflée, ne
25 possède pas, aux extraits secs considérés, qu'elle soit
modifiée ou non, une capacité suffisante de maintien en
suspension des granules d'amidon de la partie secondaire,
quelle qu'en soit la nature, notamment s'il s'agit de
fécule de pomme de terre.

30 De ce seul fait, il découle qu'il est impératif de
prévoir, pour la partie primaire ou support, une matière
amylacée autre que celles issues de fécule de pomme de
terre, notamment un amidon de pois. Cet aspect a pour
conséquence directe la nécessité, pour de telles

compositions, de la fourniture d'au moins deux matières amylacées différentes ce qui, dans le cadre des installations actuelles de réception et de préparation, notamment continue, constitue un inconvénient majeur à leur utilisation.

Une autre possibilité est offerte par des compositions élaborées à partir d'amidon de légumineuses. En effet, comparativement aux diverses sources de matières amylacées, celles constituées par les amidons de légumineuses, notamment de pois, peuvent être considérées comme facilement accessibles dans de bonnes conditions, en particulier, économiques.

La proposition correspondante, décrite dans la demande de brevet internationale WO 2004/044082, déposée au nom de la demanderesse n'offre pas toujours, pour intéressante qu'elle soit, toutes les garanties de réponse pleinement satisfaisante à toutes les exigences de plus en plus élevées présentées par les matériels modernes, notamment, du point de vue de l'énergie nécessaire au collage.

L'intervention d'un amidon de légumineuses, l'amidon de pois notamment, y est considérée comme primordiale et essentielle pour la mise en place de compositions qui puissent satisfaire à toutes les exigences présentées par les matériels modernes, notamment en termes de facilité d'approvisionnement, de mise en œuvre autant qu'en termes de rhéologie et de performances.

Toutefois, l'invention, telle que décrite, recèle des insuffisances. En effet, si les avantages soulignés sont indéniables, il convient de souligner que l'homme de l'art tend à présenter des cahiers des charges et des exigences plus lourdes encore, auxquelles ladite demande ne répond pas.

En effet et en tout premier lieu, l'homme de l'art est à la recherche de solutions satisfaisantes sur le plan technique, notamment en termes de vitesse de machine, mais qui, au-delà, lui permettront d'accéder aux coûts énergétiques les plus faibles, notamment pour le collage de micro-cannelures et de nano-cannelures (par exemple, de type G, N, O ou autres) ou de cartons lourds.

Sous ces aspects, l'augmentation de la matière sèche de la composition ou la diminution du point de gélatinisation, si tant est qu'elle puisse être compatible avec une bonne marche de la machine, liée à l'absence d'épaississements indésirables de la colle, ne constituent que des solutions partielles et insuffisantes.

En outre, il a été constaté, ces dernières années, que les températures appliquées sur les tables chauffantes de la machine, qui permettent la gélatinisation de l'amidon de la partie secondaire de la composition adhésive, sont de la plus haute importance. Trop élevées, elles provoquent des problèmes de collage, notamment limité exagérément à la surface du papier et le carton devenant alors cassant.

Ces observations ont conduit à envisager la réduction des capacités de chauffage desdites tables chauffantes. Ces réflexions revêtent une importance d'autant plus grande qu'on peut constater, sur certaines machines, l'apparition de profils de chauffage réduits, voire extrêmement réduits, nécessitant de nouvelles approches de formulations des compositions utilisées. En effet, l'apport de vapeur peut être réalisé, dans certains cas, sous pression faible, par exemple, limitée à 2 bars maximum, voire très faible, sur des tables éventuellement qualifiées de froides.

De telles conditions rendent l'homme de l'art de plus en plus exigeant sur ces aspects thermiques. Il souhaite bien sûr, parallèlement, maintenir les vitesses de machine

à leur plus haut niveau, répondant ainsi aux critères de productivité et de rentabilité.

De ce point de vue, les enseignements produits dans la demande de brevet internationale WO 2004/044082 ne
5 permettent pas de répondre à toutes ces questions. Ils y répondent d'autant moins que la composition amenée sur machine se trouve à plus basse température.

En particulier, le taux d'amylose relativement élevé de l'amidon de pois, notamment, est susceptible, dans bon
10 nombre de cas, de constituer un handicap dans la mesure où il peut avoir pour conséquence une demande énergétique exagérée, voire rédhibitoire.

Cet aspect est susceptible d'être d'autant plus affirmé que le carton est lourd et qu'il comporte un nombre
15 élevé de collages réalisés, de par le fait de la géométrie du carton produit, à distance des tables de la machine.

L'ensemble des contraintes examinées conduit à considérer que de nouveaux perfectionnements sont nécessaires et qu'il existe bien un besoin réel à
20 poursuivre plus avant et à maîtriser davantage les conditions d'utilisation des amidons de légumineuses.

C'est ainsi qu'il est du mérite de la Demanderesse que d'avoir pu observer, à la suite de nombreux nouveaux travaux entrepris sur les bases de l'utilisation des
25 amidons de légumineuses, et notamment de l'amidon de pois, qu'il existait des solutions particulières présentant un très grand intérêt pour la réalisation de joints de colle sur les matériels les plus performants et les plus élaborés, en particulier dans le cadre de productions
30 particulièrement économiques, notamment pour la confection de cartons lourds et le collage de micro-cannelures.

En effet, elle a pu s'apercevoir que des mélanges binaires, d'amidon de légumineuses, en particulier, de pois, et d'amidon de tubercules, notamment, de fécule de

pomme de terre ou de manioc, se révélai^{ent} tout à fait intéressants, en particulier, sur le strict plan de la demande énergétique mais, bien entendu, dans le cadre du respect de l'ensemble de tous les autres critères, nécessaire à l'homme de l'art, de simplicité quant au nombre de matières à mettre en œuvre, de coût, d'approvisionnement, tant que de performances.

De même, certains autres mélanges binaires, d'amidon de légumineuses, en particulier, de pois, et d'amidon de céréales, notamment d'amidon de maïs ou de blé, présentaient, eux aussi, un intérêt indéniable en termes de dépense énergétique, en toute compatibilité avec l'ensemble des autres exigences.

Il découle de l'ensemble des observations que des mélanges, qualifiés de « ternaires », c'est-à-dire comprenant à la fois, amidon(s) de légumineuses, amidon(s) de tubercules et amidon(s) de céréales présentent des avantages similaires.

Ces aspects sont d'autant plus surprenants et inattendus que, pris séparément, les amidons de légumineuses, de tubercules et de céréales ne présentent pas ces avantages.

En d'autres termes, la présente invention concerne une composition adhésive aqueuse, destinée au collage du carton ondulé et comportant des parties dites primaire et secondaire, caractérisée en ce que la partie secondaire, constituée d'amidons non gélatinisés et / ou d'amidons gonflés, comprend essentiellement un produit de mélange d'amidon(s) de légumineuses et d'amidon(s) de céréales et / ou de tubercules tel que le ratio entre amidon de légumineuses et amidon de céréales et / ou de tubercules est compris entre 10/90 et 99/1, de préférence compris entre 20/80 et 50/10, de préférence encore, compris entre 40/60 et 80/20.

Selon une variante particulière, la présente invention concerne une composition adhésive aqueuse qui est, en outre, caractérisée en ce que la partie primaire, constituée d'amidons gélatinisés et / ou gonflés comprend, elle aussi, et essentiellement, un produit de mélange d'amidon(s) de légumineuses et d'amidon(s) de céréales et / ou de tubercules tel que le ratio entre amidon de légumineuses et amidon de céréales et / ou de tubercules est compris entre 10/90 et 99/1, de préférence compris entre 20/80 et 90/10, de préférence encore, compris entre 40/60 et 80/20.

Toutefois, tenant compte de ce qui a été décrit précédemment, relativement à l'absence de pouvoir suspensif de la fécule de pomme de terre, solubilisée ou gonflée, vis-à-vis des granules d'amidon notamment, il peut s'avérer utile d'envisager, dans la conception de la partie primaire, un mélange de fécule de pomme de terre et d'amidon de pois pour lequel les proportions choisies procèderaient de ce seul critère de pouvoir suspensif, conduisant à la prise en compte d'une participation de l'amidon de légumineuses, notamment de pois, éventuellement plus faible que celles préconisées dans les mélanges considérés ci-dessus.

C'est ainsi que des ratios fécule de pomme de terre / amidon de pois compris entre 99/1 et 90/10 peuvent se révéler intéressant de ce point de vue.

En tout état de cause et plus précisément, lesdites compositions adhésives aqueuses sont caractérisées en ce que l'amidon de légumineuses, notamment l'amidon de pois, présente :

- une richesse en amidon supérieure à 90% (sec/sec), de préférence supérieure à 95%, de préférence encore supérieure à 98%,

- une teneur en matières colloïdales et en résidus fibreux inférieure à 1% (sec/sec),
- une teneur en protéines inférieure à 1%, de préférence, inférieure à 0,5%, de préférence encore, comprise entre 5 0,1 et 0,35% (sec/sec).

L'invention concerne plus particulièrement une composition caractérisée en ce que l'amidon de légumineuses, notamment l'amidon de pois présente une teneur en amylose comprise entre 15 et 60%, de préférence 10 entre 20 et 55%, de préférence encore entre 30 et 52%.

La composition selon l'invention est avantageusement caractérisée en ce qu'elle comprend entre 10 et 40%, en poids, du produit de mélange par rapport à la totalité de ladite composition.

15 Ces caractéristiques sont d'un intérêt d'autant plus grand que la fabrication concernée s'avère difficile.

On peut en effet considérer, en toute généralité, que la fabrication de carton dit « simple face » (SF) ou « double face » (DF) recèle beaucoup moins de difficultés 20 et, qu'en revanche, celle de cartons « double-double » (DD) ou « triple cannelure », voire de quadri-cannelures ou présentant un nombre plus grand encore de cannelures, de micro-cannelures, de nano-cannelures et / ou de cartons lourds.

25 Il est aussi du mérite de la demanderesse de proposer un procédé de préparation de carton ondulé adapté aux dites compositions, caractérisé en ce qu'il comprend, au moins une fois, les étapes consistant à distribuer la composition adhésive selon l'invention sur les sommets des cannelures 30 d'une bande de papier préformée, à appliquer un papier ou carton plat sur les sommets de cannelures ainsi revêtus et à procéder à un séchage.

Il est ainsi permis et aisé, par l'usage de compositions selon l'invention et par des moyens adaptés, de

procéder à la confection de cartons ondulés satisfaisant aux exigences de la technique, y compris pour la préparation de cartons lourds, multi-cannelures et / ou présentant des micro-cannelures.

5 Les mélanges, pris au sens de l'invention, constituent, comme il est souhaité, un moyen simple, en particulier, si est exploitée la possibilité laissée d'utilisation d'une matière identique en primaire et en secondaire, peu onéreux, approvisionné aisément, notamment
10 en comparaison aux amidons de tubercules, peu sensible à la réglementation, performant, dès lors que, dans le cadre de formulations adaptées, lesdits mélanges sont réalisés dans les proportions recommandées.

Il est ainsi constaté que le fait de prévoir un
15 mélange d'amidon selon l'invention essentiellement en partie secondaire et, éventuellement, en partie primaire de la composition adhésive, a pour effet d'agir de façon très positive sur l'ensemble des critères énoncés plus haut, soit d'améliorer l'ensemble des paramètres de
20 fonctionnement ainsi que toutes les caractéristiques utiles aux cartons ondulés et, en particulier, d'améliorer sensiblement le « tack », le collage dit « à vert », la vitesse de développement du collage et la qualité dudit collage, tout en réduisant fortement la dépense énergétique
25 nécessaire à l'obtention des résultats escomptés.

Sous ce dernier aspect, il est important de souligner que les compositions selon l'invention sont adaptées et compatibles avec l'apparition, sur certaines machines, de profils de chauffage réduits, notamment d'apport de vapeur
30 sous pression réduite, par exemple, sous pression de 2 bars maximum, et même de tables dites froides.

De façon un peu différente, il a été noté que, sur des machines plus conventionnelles, il était possible, même

souhaitable, de réduire sensiblement le nombre et / ou la température des tables chauffantes.

En outre, il s'est avéré que les observations conservent tout leur intérêt, voire un intérêt accru, lorsque la composition est apportée à une température relativement basse.

La Demanderesse considère en outre qu'il est tout à fait possible de se satisfaire, pour la préparation de compositions adhésives selon l'invention, de l'utilisation de mélanges d'amidons de légumineuses, de tubercules et / ou de céréales, non modifiés, que ce soit chimiquement ou par tout autre moyen.

Il est toutefois clair que les amidons modifiés, simultanément ou séparément, notamment éthérifiés ou estérifiés, conviennent encore mieux et sont envisagés dans le cadre de l'invention. Ces matières, qui sont normalement d'un coût plus élevé, peuvent néanmoins trouver leur justification dans les propriétés rhéologiques et dans la stabilité des colles, pour le collage « à vert », le développement et la qualité du collage, ainsi que sa résistance, comparativement aux caractéristiques obtenues avec des amidons non modifiés.

Il est notamment possible d'utiliser des mélanges d'amidons, modifiés ou non, partiellement oxydés ou hydrolysés par l'action d'au moins un acide ou d'une enzyme, pour l'élaboration de compositions à hautes matières sèches, de façon à en adapter la viscosité.

Une autre solution d'intérêt pour la préparation de la partie primaire, consiste à préparer le support en utilisant un dispositif de cuisson dit « à vapeur directe », notamment en continu.

D'autres modifications sont possibles, notamment physiques, par exemple, les opérations thermomécaniques comme la prégélatinisation sur tambours sécheurs ou

l'extrusion, ou encore thermiques, par exemple, celles connues de l'homme de l'art sous le nom de « Hot Moisture Treatment (HMT) » ou d' « Annealing ».

Des polymères, présentant généralement de fortes viscosités, connus pour de tels usages comme les dérivés de la cellulose, des alcools de polyvinyle, des acétates de polyvinyle ou de la polyvinyl-pyrrolidone peuvent constituer un apport complémentaire, notamment à la partie primaire.

On recourt, en outre, dès lors que les contraintes industrielles nécessiteront que les joints de colles obtenus par l'utilisation de compositions conformes à l'invention soient résistants à l'humidité ou à l'eau, à des agents de réticulation ou à des résines préformées.

Notamment, les compositions selon l'invention répondent plus aisément aux exigences particulières de résistance à l'humidité ou à l'eau sans nuire à l'environnement, ni desservir les conditions d'hygiène et de salubrité lorsqu'elles contiennent une résine formolée ou non et / ou un agent de résistance à l'eau non synthétique et non formolé judicieusement choisi.

Il a été observé, en particulier, que la proportion choisie en amidon de légumineuses, notamment en amidons de pois, permettait de préserver, toute autre condition étant égale par ailleurs, les avantages conférés de ce point de vue de la tenue à l'humidité ou à l'eau, par l'amidon de légumineuses dès lors que le taux d'amylose de cet amidon était compris entre 15 et 60%, de préférence entre 20 et 55%, de préférence encore, entre 30 et 52%.

Il a été aussi noté qu'il était possible, dans des conditions adaptées de réduire les quantités de résine formolée ou non et / ou d'agent de résistance à l'eau non synthétique et non formolé.

Il a été ainsi constaté, plus précisément, qu'il existait des moyens faciles à mettre en œuvre qui

consistent à utiliser, de façon complémentaire et en quantités faibles, au prix de modifications minimales des formules, des agents améliorant la résistance à l'eau tels que ceux choisis, par exemple, parmi des sels comme les sulfates, en particulier, de zinc, de cuivre ou d'alumine, le phosphate de diammonium ou encore un composé porteur de zirconium.

Il est notamment possible d'associer, dans le cadre d'une composition adhésive selon l'invention, les résines couramment ajoutées pour l'obtention d'une résistance à l'eau convenable, telles que des résines non formolées ou formolées diverses, de type urée-formol, cétone-formol, résorcine-formol ou phénol-formol notamment, présentant généralement une capacité de pontage et / ou un caractère hydrophobe intrinsèque et des sulfates, notamment, de zinc ou d'alumine.

Selon une variante, une composition adhésive selon l'invention, satisfaisante de ce point de vue, est caractérisée en ce qu'elle est exempte de résine formolée ou même de résine synthétique, et comprend une quantité efficace d'un agent chimique choisi parmi les sulfates, notamment, de zinc, d'alumine ou de cuivre, les composés porteurs de zirconium ou le phosphate de diammonium.

Par « quantité efficace », on entend une quantité de résine ou d'agent chimique au moins égale à celle permettant à ladite composition adhésive de conférer au carton ondulé final des caractéristiques de résistance à l'eau répondant aux critères du test FEFCO n°9.

Les différents aspects de la présente invention, relatifs à la formulation et à l'élaboration de compositions adhésives usuelles, vont être décrits de façon plus détaillée à l'aide des exemples qui suivent, qui ne sont aucunement limitatifs.

Exemple 1 :

On élabore deux compositions adhésives de type « Stein-Hall », l'une conçue à partir du seul amidon de pois natif AP, c'est-à-dire non modifié, selon l'enseignement du document WO 2004/044082, l'autre différent de la première en ce qu'elle comprend, pour partie secondaire, un mélange d'amidon de pois natif (AP) et de féculé de pomme de terre native (FPT) dans le ratio 80/20.

L'amidon de pois présente une richesse en amidon supérieure à 95%, une teneur en protéines de 0,30% et en substances colloïdales inférieure à 1%.

La richesse en amylose dudit amidon est de 35,7%.

Les deux compositions obtenues, notamment utiles au collage d'un carton ondulé dit « Triple Cannelure », sont comparées à une formule conventionnelle utilisant, en primaire, l'amidon de maïs natif AM et, en secondaire, la féculé de pomme de terre native FPT.

Les paramètres essentiels sont les suivants :

	Amidon de pois (AP) WO 2004/044082	Amidon de pois (AP) + féculé de pomme de terre (FPT) (inventive)	Amidon de maïs (AM) / féculé de pomme de terre (FPT)
<u>partie primaire :</u>			
eau	370 ml	370 ml	370 ml
amidon	AP:35 g	AP:33 g	AM:42 g
chauffage	32°C	32°C	32°C
Soude pure/ eau	6,3g/10 ml	6,2g/10 ml	4,6g/10 ml
Agitation	11minutes	11minutes	11minutes
<u>partie secondaire :</u> eau	665 ml	665 ml	665 ml
amidon	AP: 414,5g	AP:333g FPT:83,5g	FPT: 407,5g
borax	3,08g	3,08g	2,08g

agitation	12 minutes	12 minutes	12 minutes
Viscosité Lory	30secondes	21,5secondes	24,5secondes
Viscosité Brookfield	480 mPa.s	430 mPa.s	550 mPa.s
Indice réfraction	4,3	4,1	4,3

On procède, en laboratoire, à un collage de type dit « Double face » :

Pt de gélatinisation - partie secondaire après assemblage	45°C	46°C	48,5°C
Collage à vert 95°C sur appareil Strohlein			
temps ouvert O.T. 0	17,5 sec.	16 sec.	12,9sec.
temps ouvert O.T. 5	12 sec.	12,9 sec.	11sec.

5 On constate ainsi que, dans le cadre de compositions obtenues et maintenues à basse température, ici 32°C, les enseignements de l'art antérieur présenté dans la demande de brevet internationale WO 2004/044082 ne permettent pas de mettre en évidence, au laboratoire, l'intérêt de
10 l'utilisation de l'amidon de pois, de manière générale, ni même celle d'un mélange, amidon de pois 80% / fécule de pomme de terre 20%, utilisé dans la partie secondaire.

A l'inverse, les observations sur machine indiquent clairement, notamment lors de la réalisation de cartons
15 « Triple Cannelure » et « quadri cannelure », l'intérêt de l'intervention de l'amidon de pois et des mélanges amidon de pois /fécule de pomme de terre dans les proportions préconisées dans le cadre de l'invention.

Les limites sont d'autant plus évidentes lors de
20 l'abaissement ou de variations dans l'apport énergétique comme, par exemple, ceux suscités par une baisse de pression de la vapeur alimentant la machine.

Exemple 2 :

On procède maintenant, afin d'appréhender le phénomène constaté, à une comparaison directe sur machine, dans la fabrication de cartons dits « Triple Cannelure », sur la base de compositions de type « Stein-Hall », conçues toutes deux à partir d'amidon de pois natif dans la partie primaire, et comprenant respectivement, dans leur partie secondaire, l'amidon de pois natif ou un mélange selon l'invention, comprenant 70% d'amidon de pois natif et 30% de fécule de pomme de terre native.

On procède à une seconde comparaison, similaire, à partir d'une formule conçue pour le collage de cartons « double-double ».

Matières : primaire secondaire	Formule pour Triple Cannelure (TC)	Formule pour carton Double- Double (DD)
<u>Partie primaire</u> : eau	600	600
Amidon de pois	73	82
Chauffage	30°C	30°C
Soude à	29 litres	29 litres
agitation	15 minutes	15 minutes
<u>secondaire</u> : eau	1500	1575
Borax (1 ^{er} ajout)	7	6
Matière amylacée	A: AP 775 B: AP 542,5 + FPT 232,5	A: AP 655 B: AP 458,5 + FPT 196,5
Borax (2 ^{ème} ajout)	5	4
agitation	15 minutes	15 minutes
<u>Total : eau</u>	2100	2175
<u>Total amylacé</u>	848	737
<u>Matière sèche globale</u>	28,8%	26,5%
<u>Viscosité Lory</u>	30 secondes	27 secondes
<u>Température de gélatinisation</u>	48°C	49°C

Dans le cas de l'utilisation des compositions de type « B », comprenant en partie secondaire, un mélange d'amidon de pois et de fécule de pomme de terre dans le ratio 70/30, on constate sur la machine, une augmentation très sensible de la vitesse de la machine, c'est-à-dire, d'environ 50%, pour un réglage des tables chauffantes identique. Le gain de production enregistré traduit un besoin en énergie thermique, pour parvenir à un collage de qualité, sensiblement inférieur dans le cas de l'utilisation des formules de type B selon l'invention, comparativement aux formules de type A.

Le bilan énergétique apparaît ainsi très favorable au mélange d'amidon de pois et de fécule de pomme de terre.

On constate, en outre, que les deux types de formulation A ou B présentent des caractéristiques rhéologiques voisines et qu'il est possible de conserver, en conséquence, les mêmes dépose de colle et épaisseur de film.

Exemple 3 :

On procède à la préparation de deux compositions adhésives de type Stein-Hall, conçues pour le collage de cartons double-double (« DD »), comprenant toutes deux de l'amidon de maïs natif, uniquement, dans la partie primaire.

La formule C comprend, en partie secondaire, un mélange d'amidon de maïs natif et de fécule de pomme de terre native.

La formule D considère, en partie secondaire et comparativement, un mélange d'amidon de maïs natif et d'amidon de pois natif, tel que celui utilisé dans l'exemple 1.

Matières : primaire secondaire	Formule C - secondaire : amidon de maïs - fécule de p. de t.	Formule D - secondaire : amidons de maïs et de pois
<u>Partie primaire</u> : eau	960	960
Amidon de maïs	145	147
Chauffage	40°C	42°C
Soude	48kg	45kg
agitation	15 minutes	15 minutes
<u>secondaire</u> : eau	1710	1710
Borax (1 ^{er} ajout)	6	6
Matière amylacée	AM: 300 FPT: 600	AM: 330 (40%) AP: 500 (60%)
Borax (2 ^{ème} ajout)	5	5
agitation	18 minutes	18 minutes
<u>Total</u> : eau	2670	2670
<u>Total amylacé sec</u>	884	860
<u>Matière sèche globale</u>	23,35%	23,15%
<u>Viscosité Lory</u> <u>Température de</u> <u>gélatinisation</u>	25 secondes 51°C	25 secondes 51°C

On observe sur la machine que la mise en place de la formule D, comprenant le mélange d'amidon de maïs et d'amidon de pois natifs permet, à des vitesses identiques
5 et des qualités de collage comparables, de diminuer la dépose de colle et de produire un carton plus sec.

Le bilan énergétique est, dans ce cas aussi, très favorable à l'utilisation d'un mélange selon l'invention comprenant de l'amidon de pois et, cette fois, de l'amidon
10 de maïs.

Exemple 4 :

On prépare deux compositions E et F selon l'invention comprenant, respectivement, en partie secondaire, un mélange amidon de maïs natif / amidon de pois natif et un

mélange amidon de maïs natif / féculé de pomme de terre native.

La formule E présente, en outre, une partie primaire constituée aussi d'un mélange amidon de maïs natif / amidon de pois natif, ce dernier y étant majoritaire, alors que la formule F ne contient que de l'amidon de maïs natif en primaire.

De telles compositions sont utiles pour le collage dit simple face (« SF »).

Matières : primaire secondaire	Formule E - primaire et secondaire: AM/AP	Formule F - secondaire : AM/FPT
Partie primaire : eau	1200	1200
Matière amylacée	AP: 100 (62,5%) AM: 60 (37,5%)	AM : 167
Chauffage	40°C	33°C
Soude	52,5kg	48kg
agitation	15 minutes	15 minutes
secondaire : eau	2100	2100
Borax (1 ^{er} ajout)	7,8	7,8
Matière amylacée	AM: 650 (74%) AP: 230 (26%)	AM: 805 FPT: 250
Borax (2 ^{ème} ajout)	5,4	5,4
agitation	15 minutes	15 minutes
Total : eau	3300	3300
Total amylacé sec	915	1060
Matière sèche globale	20,7%	23,1%
Viscosité Lory	18 secondes	21 secondes
Température de gélatinisation	52°C	52°C

10

De nouveau, le bilan énergétique est favorable. Il est possible de l'exprimer d'une façon encore différente. En effet, il s'avère ici qu'à une même vitesse de fabrication, la qualité du collage est sensiblement

supérieure avec la composition E selon l'invention
comparativement à la formule F.

Exemple 5 :

Les deux compositions E et F de l'exemple 4, sont
5 maintenant utilisées pour le collage d'une micro-cannelure
de type G.

L'obtention d'un collage satisfaisant, avec la
formulation F, nécessite l'utilisation de l'ensemble des
tables chauffantes de la machine, c'est-à-dire 20 tables
10 alimentées avec une vapeur à 14 bars.

Comparativement, la formulation E a permis de
modifier très sensiblement le profil de chauffage. Il a été
en effet possible de réduire la pression de vapeur, pour
les quatre premières et les six dernières, à 5 bars.

REVENDEICATIONS

1. Composition adhésive aqueuse destinée au collage du carton ondulé et comportant des parties dites primaire et secondaire, caractérisée en ce que la partie secondaire, constituée d'amidons non gélatinisés et / ou d'amidons gonflés, comprend essentiellement un produit de mélange d'amidons de légumineuses et d'amidons de céréales et / ou de tubercules tel que le ratio entre amidon de légumineuses et amidon de céréales et / ou de tubercules est compris entre 10/90 et 99/1, de préférence compris entre 20/80 et 90/10, de préférence encore, compris entre 40/60 et 80/20.

2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que la partie primaire, constituée d'amidons gélatinisés, comprend essentiellement un produit de mélange d'amidons de légumineuses et d'amidons de céréales et / ou de tubercules tel que le ratio entre amidon de légumineuses et amidon de céréales et / ou de tubercules est compris entre 10/90 et 99/1, de préférence compris entre 20/80 et 90/10, de préférence encore, compris entre 40/60 et 80/20.

3. Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que l'amidon de légumineuses et, en particulier, l'amidon de pois, présente :

- une richesse en amidon supérieure à 90% (sec/sec), de préférence supérieure à 95%, de préférence encore supérieure à 98 ,

- une teneur en matières colloïdales et en résidus fibreux inférieure à 1% (sec/sec),

- une teneur en protéines inférieure à 1%, de préférence, inférieure à 0,5%, de préférence encore, comprise entre 0,1 et 0,35% (sec/sec).

4. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'amidon de

légumineuses, notamment l'amidon de pois présente une teneur en amylose comprise entre 15 et 60%, de préférence entre 20 et 55%, de préférence encore entre 30 et 52%.

5. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce qu'elle comprend entre 10 et 40%, en poids, du produit de mélange par rapport à la totalité de ladite composition.

6. Composition l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que le produit de mélange d'amidon est un mélange d'amidons de légumineuses et d'un amidon essentiellement issu de tubercules, notamment de pomme de terre.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée en ce qu'elle comprend :

15 - 0,3 à 5%, en poids, d'une substance alcaline, par rapport à la totalité de ladite composition.

- 0,01 à 5%, en poids par rapport à l'amidon total, de borax ou de tout autre composé chimique porteur de bore.

8. Procédé de préparation de carton ondulé, caractérisé en ce qu'il comprend, au moins une fois, les étapes suivantes:

- application sur les sommets des cannelures d'une bande de papier préformée, d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7,

25 - application d'un papier ou d'un carton plat sur les sommets de cannelures ainsi revêtus de la composition,
- séchage.

9. Carton ondulé caractérisé en ce qu'il comprend une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7.

30 10. Carton ondulé selon la revendication 9, caractérisé par le fait qu'il présente une résistance à l'eau selon les critères définis par le test FEFCO n°9.

11. Utilisation pour le collage de cartons ondulés d'un produit de mélange d'amidons de légumineuses,

notamment de pois, et d'amidons de céréales et / ou de tubercules, le ratio entre amidon de légumineuses et amidon de céréales et / ou de tubercules étant compris entre 10/90 et 99/1, de préférence compris entre 20/80 et 90/10, de
5 préférence encore, compris entre 40/60 et 80/20, et l'amidon de pois présentant une teneur en amylose comprise entre 15 et 60%, de préférence entre 20 et 55%, de préférence encore entre 30 et 52%.



26 bis, rue de Saint Pétersbourg - 75800 Paris Cedex 08

Pour vous informer : INPI DIRECT

☎ 0 825 03 85 07

Télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235*03

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1.. / 2..

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire



08 113 017 / 21003

Vos références pour ce dossier (facultatif)		FR 05 01215
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		05 01215
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)		
COMPOSITION ADHESIVE AQUEUSE CONTENANT UN PRODUIT DE MELANGE A BASE D'AMIDON DE LEGumineuses		
LE(S) DEMANDEUR(S) :		
ROQUETTE FRERES		
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :		
1	Nom	HOUZE
	Prénoms	Régis
Adresse	Rue	3 Chemin Madame
	Code postal et ville	51 91 51 11 TOURMIGNIES
Société d'appartenance (facultatif)		
2	Nom	LEROY
	Prénoms	Thierry
Adresse	Rue	1797 rue Delfie
	Code postal et ville	61 21 11 31 61 LESTREM
Société d'appartenance (facultatif)		
3	Nom	GOMBERT
	Prénoms	Hervé
Adresse	Rue	476 rue Froide
	Code postal et ville	61 21 21 31 21 HINGES
Société d'appartenance (facultatif)		
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.		
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		
18 août 2005 Cyril NARGOLWALLA N° 98-0506		

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.



26 bis, rue de Saint Pétersbourg - 75800 Paris Cedex 08

Pour vous informer : INPI DIRECT

0 825 83 85 87
0 15 € TTC/min

Télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235-08

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 2../2..

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 113 0 W / 71003

Vos références pour ce dossier (facultatif)		FR 05 01215
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		05 01215
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)		
COMPOSITION ADHESIVE AQUEUSE CONTENANT UN PRODUIT DE MELANGE A BASE D'AMIDON DE LEGumineuses		
LE(S) DEMANDEUR(S) :		
ROQUETTE FRERES		
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :		
[1] Nom		CORRIETTE
Prénoms		Pascal
Adresse	Rue	917 rue de Calonne
	Code postal et ville	6 2 3 5 0 ROBECC
Société d'appartenance (facultatif)		
[2] Nom		
Prénoms		
Adresse	Rue	
	Code postal et ville	
Société d'appartenance (facultatif)		
[3] Nom		
Prénoms		
Adresse	Rue	
	Code postal et ville	
Société d'appartenance (facultatif)		
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.		
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		
18 août 2005 Cyra NARGOLWALLA N° 98-0506		

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

PATENTE DE INVENCION**CERTIFICADO DE UTILIDAD - CERTIFICADO DE ADICION****COPIA OFICIAL**

El director general del Instituto Nacional de la Propiedad Industrial certifica que el documento adjunto es la copia certificada de una solicitud de título de propiedad industrial presentada en el Instituto.

Dado en Paris el 22 de diciembre de 2005

Por el director general del
Instituto de Nacional de la
propiedad industrial.
El jefe del Departamento de
Patentes.

Firma de Martine PLANCHE

REIVINDICACIONES

1. **Compuesto adhesivo para encolado de cartón ondulado que contiene partes primaria y secundaria, caracterizado porque la parte secundaria, constituida por almidones no gelatinizados y/o almidones hinchados, comprende esencialmente una mezcla de almidones de leguminosas y de almidones de cereales y/o de tubérculos, de modo que la proporción entre el almidón de leguminosas y almidón de cereales y/o de tubérculos esté comprendida entre 10/90 y 99/1, preferentemente comprendida entre 20/80 y 90/10 y, más preferente aún entre 40/60 y 80/20.**
2. **Compuesto de acuerdo a la reivindicación 1, caracterizado porque la parte primaria, constituida por almidones gelatinizados y/o almidones hinchados, comprende esencialmente una mezcla de almidones de leguminosas y almidones de cereales y/o de tubérculos, de modo que la proporción entre almidón de leguminosas y almidón de cereales y/o de tubérculos esté comprendida entre 10/90 y 99/1, preferentemente comprendida entre 20/80 y 90/10 y, más preferente aún entre 40/60 y 80/20.**
3. **Compuesto de acuerdo a la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el almidón de leguminosas y en particular el almidón de guisantes, presenta:**
 - **Un contenido en almidón superior a 90% (seco/seco), preferentemente superior a 95% y, más preferente aún a 98%.**
 - **Un contenido en materias coloidales y en residuos fibrosos inferior a 1% (seco/seco).**
 - **Un contenido en proteínas inferior a 1%, preferentemente inferior a 0.5% y, más preferente aún comprendido entre 0.1 y 0.35% (seco/seco).**
4. **Compuesto de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el almidón de leguminosas, en particular el almidón de guisantes, presenta un contenido en amilosis comprendido entre 15 y 60%, preferentemente entre 20 y 55% y, más preferente aún entre 30 y 52%.**
5. **Compuesto de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque comprende entre 10 y 40% en peso de la mezcla con respecto a la totalidad de dicho compuesto.**

6. Compuesto de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la mezcla de almidón es una mezcla de almidones de leguminosas y de almidón esencialmente derivado de tubérculos, en particular de la papa.
7. Compuesto de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque comprende:
 - De 0.3 a 5% en peso de una sustancia alcalina con respecto a la totalidad de dicho compuesto.
 - De 0.01 a 5% en peso de bórax o de cualquier otro compuesto químico portador de boro con respecto al almidón total,
8. Procedimiento de preparación de cartón ondulado, caracterizado porque comprende, al menos una vez, las siguientes etapas:
 - Aplicación en las cimas de las acanaladuras de una banda de papel preconformada con un compuesto de acuerdo a cualquier reivindicación 1 a 7.
 - Aplicación de un papel o de un cartón plano en las cimas de las acanaladuras así revestidas con el compuesto.
 - Secado.
9. Cartón ondulado caracterizado porque comprende un compuesto de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
10. Cartón ondulado de acuerdo a la reivindicación 9, caracterizado porque presenta una resistencia al agua según los criterios definidos por la prueba FEFCO n°. 9.
11. Utilización para el encolado de cartones ondulados de una mezcla de almidones de leguminosas, en particular de guisantes, y de almidones de cereales y/o de tubérculos, estando la relación entre el almidón de leguminosas y almidón de cereales y/o de tubérculos comprendida entre 10/60 y 99/1, preferentemente comprendida entre 20/80 y 90/10 y, más preferente aún entre 41/60 y 80/20, y presentando el almidón de guisantes un contenido en amilosis comprendido entre 15 y 60%, preferentemente entre 20 y 55% y, más preferente aún entre 30 y 52%.

Foto 81 extracto
6

82
81

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 900176089-2

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicación : 06011090 00000000
Fecha (ARD): 2006-02-07 17:49:56
Trámite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
Folios: 43

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 06 - 1,849
FECHA : ENERO 10 DE 2006

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	27483193	10/01/2006	38,448,000.00

***** C O N C E P T O *****

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	82 INVOCACION DE UNA PRIORIDAD EN NU	130,000.00
	TOTAL :	\$ 130,000.00

SOM: CIENTO TREINTA MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Cdo 14742-801-001-0

83
82

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO

Radicacion : 86011890 00000000 Folios: 83
Fecha (HH): 2006-02-07 17:49:56
Tramite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 06 - 7,516
FECHA : ENERO 30 DE 2006

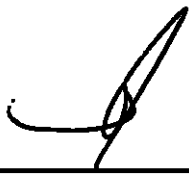
***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	36494410	30/01/2006	43,526,000.00

***** CONCEPTO *****

CONCEPTO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	463,000.00
	TOTAL :	463,000.00

SON: CUATROCIENTOS SESENTA Y TRES MIL PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Bo 14742-801-001-0



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

Delegatura de Propiedad Industrial División de Nuevas Creaciones

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACIÓN Y AGILIZACIÓN DEL TRAMITE

PATENTE DE INVENCION ()	MODELO DE UTILIDAD ()	USUARIO ()	RADICADOR ()
-Indicación de que se solicita la concesión de una patente. ✓	()	()	()
-Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud. ✓	()	()	()
-Descripción de la invención. ✓	()	()	()
-Dibujos de ser estos pertinentes. ✓	()	()	()
-Comprobante de Pago de las tasas establecidas. ✓	()	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()	()

DISEÑO INDUSTRIAL ()

-Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial.	()	()
-Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud.	()	()
-Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del Material que incorpora el diseño.	()	()
-Comprobante de Pago de las tasas establecidas.	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()

ESQUEMA DE TRAZADO ()

-Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial.	()	()
-Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud.	()	()
-Representación gráfica del Esquema Trazado.	()	()
-Comprobante de Pago de las tasas establecidas.	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()

Firma Responsable:

Fecha:

febrero 07 de 2006

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCI

84

Folio 5

2020
Bogotá D.C.,

Doctor(a)
FERRERO EMILIO
Apoderado(a) y/o Representante de
ROQUETTE FRERES

REFERENCIA	Radicación No. 06 11890
	Trámite 2
	Evento 1
	Actuación 416
	Oficio No. 287
	Folios 1

Teniendo en cuenta que la solicitud de privilegio de patente que se tramita bajo el expediente indicado en la referencia, reúne los requisitos de forma establecidos en los artículos 26 y 27 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, y en las demás disposiciones vigentes sobre la materia, se envía el extracto de la solicitud a la Oficina de Comunicaciones para efecto de su publicación en la Gaceta de Propiedad Industrial.

De acuerdo con lo previsto por el artículo 40 de la Decisión 486/00, la publicación en este caso se hará a partir del día 07 del mes de Agosto de 2007.

Cúmplase
Dado en Bogotá DC,

05 ABR 2008

ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL
Jefe de la división de Nuevas Creaciones

adpai