



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

Delegatura de propiedad Industrial

División de Nuevas Creaciones

PCT
SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

21. EXPEDIENTE No.

06-128713

54. TÍTULO

Proceso de Molienda de materias Minerales
en presencia de espesantes suspensiones acuosas
obtenidas y sus utilizaciones.

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL

71. SOLICITANTE

Coatex S. A. S.

DOMICILIO

Genay, Francia

74. APODERADO

Dilia María Rodríguez de Alemán

22. BOGOTÁ, D. C.,

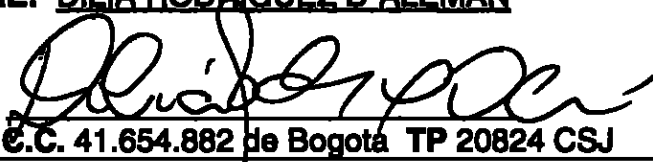
dic. 21/06

**FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL**

1) SOLICITUD DE:			
☒ Patente de invención		☐ Patente de Modelo de Utilidad	
☒ Capítulo I.		☐ Capítulo II.	
2) SOLICITANTE (71)	Nombre: COATEX S.A.S. Dirección: 35, rue Ampère, , Z.I. Lyon Nord, F-69730 Genay, Francia		IDENTIFICACIÓN C.C. ☐ NIT: ☒ C.E. ☐ OTRO ☐ Cual _____ NÚMERO _____
	Nacionalidad o domicilio: Genay, Francia Lugar de constitución: Francia Teléfono: _____ Fax: _____ E. Mail: _____		
3) REPRESENTANTE O APODERADO	Nombre: DILIA MARÍA RODRÍGUEZ D'ALEMAN Dirección: Carrera 11 N°. 86-53 Piso 6 Bogotá D.C.		IDENTIFICACIÓN C.C. ☒ NIT: ☐ C.E. ☐ OTRO ☐ NÚMERO: 41.654.882 TP: 20824 CSJ
	Teléfono: 6181088 Fax: 6350824 E. Mail: info@clarkemodet.com.co		
4) INVENTOR (ES) (72)	Nombre: 1. SUAUI, Jean-Marc; 2. RUHLMANN, Denis; 3. JACQUEMET, Christian; 4. MONGOIN, Jacques Dirección: 1. 60 chemin Perault, F-69480 Lucenay, Francia; 2. 307 Impasse des Griottes, Le Clos des Cerisiers, F-69730 Genay, Francia; 24, allée Henriette, F-69005 Lyon, Francia; 4. Enchuel, F-69650 Quincieux, Francia Nacionalidad o domicilio: Todos los anteriores, Franceses		
5) PCT (86)			
Solicitud Internacional No. PCT/FR2005/001716 Fecha: Julio 5, 2005			
Publicación Internacional No. WO2006/016037 A1 Fecha: Febrero 16, 2006			
6) Título (54) PROCESO DE MOLIENDA DE MATERIAS MINERALES EN PRESENCIA DE ESPESANTES SUSPENSIONES ACUOSAS OBTENIDAS Y SUS UTILIZACIONES			
7) Clasificación Internacional: B02C 23/18 (2006.1) C09C 3/04 (2006.1) C09D 7/14 (2006.1) C09D 1/00 C09J 11/04 (2006.1)			
8) PRIORIDAD		33) País de Origen	(32) Fecha
SI ☒ NO ☐		Francia	Julio 13, 2004
			(31) Número de Solicitud 0407803
9) Comprobante de pago N°. 06-87,700 Fecha: Nov. 14, 2006			
Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario. Ver reverso de esta pagina			

10)	ANEXOS
☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad ☐ Documento que acredite la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona Jurídica ☐ Poderes, si fuera el caso ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante ☐ Declaraciones ☒ Copia de la solicitud Internacional. (Resumen, descripción, reivindicación, Dibujos). ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción, reivindicación, Dibujos) ☐ Copia del examen preliminar efectuado por la IPEA ☐ 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 12 x 12 y 6 x 6 cm ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionados parcial o totalmente con la invención de esta solicitud. ☒ Otros: 1. Reporte internacional de búsqueda 2. Opinión escrita 3. Solicitud PCT	

11) FIGURA CARACTERÍSTICA:

12) Solicitud concesión de la patente,
NOMBRE: <u>DILIA RODRIGUEZ D'ALEMAN</u> FIRMA:  C.C. 41.654.882 de Bogota TP 20824 CSJ
Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario: Ver reverso de esta pagina



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
 HED: 08-128713-00000-0000
 Hec: 2008-12-22 14:58:44 Usp. 2880 NUESTRAS
 INL 11 PATENTEITU
 EVO: 3/8 FASENACIONALI
 Aci 411 PRESENTACION FORME US

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 06 - 87,700
 FECHA : NOVIEMBRE 14 DE 2006

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CEMEXE MODET Y CO. COLOMBIA	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	50104821	14/11/2006	11,862,000.00

***** CONCEPTO *****

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

SOM: CUATROCIENTOS SESENTA Y TRES MIL PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
16 février 2006 (16.02.2006)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2006/016037 A1

(51) Classification internationale des brevets :
B62C 23/18 (2006.01) C89D 1/08 (2006.01)
C89C 3/04 (2006.01) C89J 11/04 (2006.01)
C89D 7/14 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2005/001716

(22) Date de dépôt international : 5 juillet 2005 (05.07.2005)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0407803 13 juillet 2004 (13.07.2004) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : COA-
TEX S.A.S. [FR/FR]; 35, rue Ampère, Z.I. Lyon Nord,
F-69730 Genay (FR).

(72) Inventeur, et

(73) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : SUAU,
Jean-Marc [FR/FR]; 60 chemin Pazzuk, F-69480 Lucenay
(FR). RUHLMANN, Denis [FR/FR]; 307 Impasse des
Grottes, Le Clos des Carriers, F-69730 Genay (FR).
JACQUEMET, Christian [FR/FR]; 24, allée Henriette,
F-69005 Lyon (FR). MONGOIN, Jacques [FR/FR];
Enchuel, F-69650 Quincieu (FR).

(74) Mandataire : HESSANT, Eric; Covelux S.A.S., 35, rue
Ampère, Z.I. Lyon Nord, F-69730 Genay (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection nationale disponible) : AB, AG, AL, AM, AT,
AO, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO,
CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB,
GD, GE, GH, GM, GR, GU, HT, IL, IN, IS, JP, KE, KG,
KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MG,
MK, MN, MW, MX, MY, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,
PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM,
SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN,
YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SI, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), caribbean (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM),
européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,
FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LI, LU, LV, MC, NL, PL, PT,
RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA,
GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TO).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale
— avant l'expiration du délai prévu pour la modification des
revendications, sera republiée si des modifications sont re-
quies

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrégia-
tions, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de
la Gazette du PCT.

(54) Title: METHOD FOR GRINDING MINERAL MATERIALS IN THE PRESENCE OF THICKENING AGENTS, RESULT-
ING AQUEOUS SUSPENSIONS AND USES THEREOF

(54) Titre : PROCÉDE DE BROYAGE DE MATIÈRES MINÉRALES EN PRÉSENCE D'ÉPAISSISSANTS, SUSPENSIONS
AQUEUSES OBTENUES ET LEURS UTILISATIONS

(57) Abstract: The invention concerns a method for grinding mineral materials in water, in the presence of thickening agents, the
stable suspensions of mineral materials ground in water obtained by the inventive method, as well as the use of said suspensions
in aqueous formulations, in particular coating formulations such as aqueous paints, rough coatings, inks, surface coatings, sealants,
adhesives, glues, and other aqueous formulations incorporating mineral materials. The invention further concerns the inventive
aqueous formulations obtained.

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de broyage de matières minérales dans l'eau, en présence d'épaississants, les sus-
pensions stables de matières minérales broyées dans l'eau obtenues par le procédé selon l'invention, ainsi que l'utilisation desdites
suspensions dans des formulations aqueuses, en particulier des formulations de revêtements telles que des peintures aqueuses, des
crépis, des encres, des enduits, des mastics, des adhésifs, des colles, et d'autres formulations aqueuses incorporant des matières mi-
nérales. L'invention concerne enfin les formulations aqueuses obtenues selon l'invention.

WO 2006/016037 A1

**PROCEDE DE BROYAGE DE MATIERES MINERALES EN PRESENCE
D'EPAISSISSANTS, SUSPENSIONS AQUEUSES OBTENUES ET LEURS
UTILISATIONS**

5

La présente invention concerne le domaine des suspensions aqueuses de matières minérales broyées et leurs utilisations dans des formulations aqueuses.

10

L'invention concerne tout d'abord un procédé de broyage de matières minérales dans l'eau, en présence d'épaississants.

L'invention concerne aussi les suspensions stables de matières minérales broyées dans l'eau et obtenues par le procédé selon l'invention.

15

L'invention concerne également l'utilisation desdites suspensions dans des formulations aqueuses, en particulier des formulations de revêtements telles que notamment des peintures aqueuses, des crépis, des encres, des enduits, des mastics, des adhésifs, des colles, et d'autres formulations aqueuses incorporant des matières minérales.

20

L'invention concerne enfin les formulations aqueuses obtenues selon l'invention.

25

Afin d'adapter la rhéologie de son produit à des conditions de mise en oeuvre aussi diverses que la nature de la surface à recouvrir, les moyens d'application, la quantité de produit à déposer et, indépendamment, pour conférer une bonne stabilité à ce produit, l'homme du métier dispose aujourd'hui d'une très large gamme d'additifs communément dénommés « épaississants ». Ces épaississants développent avec les autres constituants présents dans les formulations de peinture des interactions complexes, qui ont fait l'objet de nombreux travaux depuis plus d'un demi-siècle :

30

l'objectif de ces recherches reste de mieux appréhender le mécanisme de fonctionnement de ces additifs rhéologiques, afin de fournir à l'homme du métier des outils et des règles adaptés au choix du bon épaississant, en fonction de la rhéologie souhaitée et des autres composants présents dans la formulation de peinture.

Au cours de ces travaux, un éclairage tout particulier a été porté aux interactions que peuvent développer les épaississants avec des suspensions aqueuses de charges minérales stabilisées à l'aide de dispersants. Cet intérêt est justifié par le fait que la charge minérale, telle que le dioxyde de titane ou le carbonate de calcium, qui était auparavant apportée sous forme de poudre sèche, l'est désormais sous forme de suspensions aqueuses : en effet, plus simples à l'emploi, celles-ci éliminent les problèmes liés à l'utilisation de matériaux pulvérulents, et facilitent les opérations de manipulation des charges par simple pompage desdites suspensions.

Les interactions entre épaississants et dispersants contenus dans des suspensions aqueuses de matières minérales sont décrites dans le document « Rheology of associative thickener pigment and pigmented commercial latex dispersions » (Progress in Organic Coatings, 17, (1989), pp. 155-173) qui envisage le cas d'une suspension aqueuse de dioxyde de titane, dispersée par de l'acide polyméthacrylique et mise en présence de différents agents épaississants. Il apparaît alors que pour une concentration croissante en dispersant, certains épaississants du type HEUR (Uréthannes éthoxylés et modifiés hydrophobiquement ou Hydrophobe-modified Ethoxylated Urethane) conduisent à une déstabilisation du dioxyde de titane, alors que la stabilité de la suspension est maintenue en présence d'épaississants celluloseux.

En outre, ces travaux ont aussi démontré que les interactions entre dispersants et épaississants peuvent influencer les propriétés finales du film de peinture telles que la brillance. A ce titre, « Pigment stabilization through mixed associative thickener interactions » (Journal of Coatings Technology, 64, 807, (1992), pp. 53-61) enseigne que l'utilisation d'un épaississant de type HEUR (Uréthannes éthoxylés et modifiés hydrophobiquement ou Hydrophobe-modified Ethoxylated Urethane) en combinaison avec un dispersant qui est un copolymère de l'acide maléique et de diisobutylène, conduit à une augmentation de la brillance dans le cas de peintures latex. A l'inverse, « Interactions between rheology-modifying and pigment-dispersing agents » (Farbe + Lack, 100, 9, (1994), pp. 759-764) démontre que des formulations de peinture contenant des épaississants de type HEUR (Uréthannes éthoxylés et modifiés hydrophobiquement ou Hydrophobe-modified Ethoxylated Urethane) et des dispersants à caractère fortement ionique peuvent diminuer la brillance du produit final. Les auteurs de ces travaux discutent les combinaisons possibles entre différents dispersants et des épaississants du type HEUR (Uréthannes éthoxylés et modifiés

hydrophobiquement ou Hydrophobe-modified Ethoxylated Urethane) et HASE (Emulsions modifiées hydrophobiquement et épaississantes en milieu alcalin ou Hydrophobically modified Alkali-swellaable Emulsions).

- 5 En résumé, l'enseignement général de ces documents pour l'homme du métier est que les interactions entre dispersants et épaississants sont complexes, et gouvernent à la fois la stabilité de la peinture formulée, et les propriétés du film de peinture final. Cette situation est résumée par le document « Adsorption studies of associative interactions between thickener and pigment particles » (Progress in organic coatings, 30, (1997),
- 10 pp. 161-171): l'homme du métier est fortement incité à sélectionner de manière attentive de nouvelles combinaisons dispersants-épaississants pour valoriser leur potentiel (pp 167 introduction), en termes de stabilité de la peinture ainsi fabriquée et de propriétés finales du film de peinture.
- 15 De plus, continuant à utiliser des charges minérales sous formes de suspensions aqueuses, l'homme du métier a cherché à développer des produits intermédiaires qui consistent en de simples mélanges de différents constituants de la peinture, la formulation de ladite peinture se résumant ensuite à l'assemblage des différents constituants, par simple mélange. A ce titre, il est connu de fabriquer des suspensions
- 20 aqueuses de matières minérales contenant de l'eau, une charge minérale, ainsi qu'un agent épaississant. Ces suspensions sont destinées à être ultérieurement mélangées avec les autres constituants habituels d'une peinture pour obtenir le produit final désiré.
- 25 Ainsi, l'homme du métier connaît le document US 2002 050228 qui décrit la préparation d'une suspension aqueuse contenant du carbonate de calcium ainsi qu'un pigment tel que le dioxyde de titane. Une telle composition peut également contenir un agent épaississant, et servir à la formulation d'encre et de peintures aqueuses. Il connaît également le document US 6 074 474 qui décrit une suspension aqueuse
- 30 contenant des particules minérales présentant une répartition granulométrique particulière, et pouvant être du carbonate de calcium. En outre, une telle suspension peut contenir un agent épaississant et servir par la suite à la formulation de peintures aqueuses.

Aussi, poursuivant ses recherches en vue de réaliser des suspensions stables de matières minérales en présence d'agents épaississants, tout en éliminant l'emploi d'agents dispersants qui peuvent conduire à des effets néfastes au niveau de la rhéologie du produit final (par interaction avec les épaississants), la Demanderesse a-t-elle trouvé de manière surprenante un nouveau procédé de fabrication d'une suspension aqueuse de charges minérales, caractérisé en ce que lesdites charges minérales sont broyées dans l'eau en présence d'agents épaississants. Le produit ainsi obtenu présente une stabilité tout à fait compatible avec son utilisation dans des formulations aqueuses.

10

A ce stade, la Demanderesse tient à souligner que la présente invention se distingue de l'art antérieur précédemment cité par le fait que ledit art antérieur ne révèle ni n'enseigne le procédé de broyage conduisant à la diminution de la taille des particules minérales.

15

De plus, la suspension ainsi fabriquée répond au souhait de l'homme du métier, en ce sens qu'elle lui fournit un produit qui contient déjà une partie de l'épaississant utilisé dans la peinture. D'autre part, et de manière tout à fait surprenante, lesdits épaississants ne sont pas dégradés au cours du procédé de broyage, et remplissent précisément à ce stade de la fabrication la fonction d'agents d'aide au broyage, permettant ainsi la diminution de la consommation d'agents d'aide au broyage : la Demanderesse a en effet observé une réduction notable de la taille des particules de matière minérale. Or, il est bien connu que la possibilité de choisir la taille des particules minérales, dans le cadre de la formulation d'une peinture, est d'une grande importance pour l'homme du métier. En effet, la taille des particules influence grandement les propriétés mécaniques et optiques du film final, tel qu'enseigné dans « Particle-size distribution of fillers and their importance in the preparation of paints » (Deutsche Farben-Zeitschrift, 20 (12), 1966, pp. 565-567). Par ailleurs, le procédé selon l'invention permet l'utilisation d'une très large gamme d'épaississants pour peintures, disponibles commercialement.

30

Le procédé selon l'invention permet d'obtenir également des suspensions aqueuses de matières minérales, qui lors de leurs mises en œuvre dans les formulations de peinture, permettent d'aboutir à des formulations de peinture possédant un comportement

rhéologique amélioré par rapport à celles de l'art antérieur, notamment en présentant des viscosités ICI et Stormer augmentées.

5 Ce comportement rhéologique amélioré présente également l'avantage d'aboutir à une meilleure qualité d'application de la peinture.

Enfin, les propriétés de l'épaississant en tant que tel sont conservées, puisque les propriétés optiques du film de peinture réalisé selon l'invention ne sont pas dégradées, tout comme les propriétés de compatibilité pigmentaire des peintures ainsi formulées.

10

L'invention permet donc d'obtenir des formulations aqueuses de peinture stables dans le temps, sans utiliser des agents dispersants. En outre, l'invention permet d'obtenir un produit intermédiaire sous forme d'une suspension aqueuse de matières minérales et d'épaississants, ces derniers jouant également le rôle d'agents d'aide au broyage. A cet

15

égard, au cours de ce procédé, on peut continuer à utiliser des agents d'aide au broyage « classiques ». Enfin, la suspension aqueuse ainsi obtenue par broyage de matières minérales dans l'eau en présence d'épaississants présente une stabilité tout à fait compatible avec son emploi dans la formulation de peintures aqueuses.

20 L'objet de l'invention est donc un procédé de broyage de matières minérales dans l'eau, en présence d'épaississants.

Un autre objet de l'invention réside dans les suspensions stables de matières minérales broyées dans l'eau et obtenues selon ledit procédé.

25

Un autre objet de l'invention est l'utilisation desdites suspensions dans des formulations aqueuses, en particulier des formulations de revêtements telles que notamment des peintures aqueuses, des crépis, des encres, des enduits, des mastics, des adhésifs, des colles, et d'autres formulations aqueuses incorporant des matières

30

minérales.

Un dernier objet de l'invention réside dans les formulations aqueuses obtenues selon l'invention.

10

Le procédé selon l'invention permet donc d'obtenir des suspensions aqueuses de matières minérales, sans utiliser d'agents dispersants, et présentant une rhéologie compatible avec leur utilisation dans des formulations aqueuses.

- 5 De plus, le procédé selon l'invention permet d'obtenir également des suspensions aqueuses de matières minérales qui, lors de leur mise en œuvre dans les formulations de peinture, permettent d'aboutir à des formulations de peinture possédant un comportement rhéologique amélioré par rapport à celles de l'art antérieur, notamment en présentant des viscosités ICI et Stormer augmentées.

10

Ce procédé permet également de fabriquer des produits répondant à l'attente de l'homme du métier : ils contiennent de l'eau, une ou plusieurs charges minérales, et au moins un épaississant.

15

Il permet aussi d'ajuster la finesse des matières minérales utilisées en les broyant en présence d'épaississants : ceux-ci remplissent à ce titre la fonction d'agents d'aide au broyage.

20

Par ailleurs, les épaississants ne sont pas dégradés au cours du procédé de broyage, et les propriétés optiques du film de peinture ne sont pas altérées, de même que les propriétés de compatibilité pigmentaire des peintures ainsi formulées.

Enfin, les suspensions aqueuses de matières minérales ainsi broyées et stables dans le temps, servent à la formulation de peintures aqueuses qui présentent une très bonne stabilité, et un comportement rhéologique amélioré.

25

Ces buts sont atteints grâce à un nouveau procédé de fabrication d'une suspension stable de matières minérales dans l'eau, caractérisé en ce que lesdites matières minérales sont broyées en présence d'épaississants.

30

La Demanderesse tient à préciser que l'opération de broyage de la substance minérale à affiner consiste à broyer la substance minérale avec un corps broyant en particules très fines dans un milieu aqueux contenant les épaississants.

Ainsi, à la suspension aqueuse de la substance minérale à broyer, on ajoute les

épaississants et le corps broyant de granulométrie avantageusement comprise entre 0,20 et 4 millimètres. Le corps broyant se présente en général sous la forme de particules de matériaux aussi divers que l'oxyde de silicium, l'oxyde d'aluminium, l'oxyde de zirconium ou de leurs mélanges, ainsi que les résines synthétiques de haute dureté, les aciers, ou autres. Un exemple de composition de tels corps broyants est donné par le brevet FR 2 203 681 qui décrit des éléments broyants formés 30 % à 70 % en poids d'oxyde de zirconium, 0,1 % à 5 % d'oxyde d'aluminium et de 5 à 20 % d'oxyde de silicium.

Le corps broyant est de préférence ajouté à la suspension en une quantité telle que le rapport en poids entre ce matériau de broyage et la substance minérale à broyer soit d'au moins 2/1, ce rapport étant de préférence compris entre les limites 3/1 et 5/1.

Le mélange de la suspension et du corps broyant est alors soumis à l'action mécanique de brassage, telle que celle qui se produit dans un broyeur classique à micro-éléments. Le temps nécessaire pour aboutir à la finesse souhaitée de la substance minérale après broyage sera défini par le fabricant de suspensions de matières minérales selon la nature et la quantité des substances minérales à broyer, et selon le mode d'agitation utilisé et la température du milieu pendant l'opération de broyage.

Une autre variante du procédé se caractérise en ce que ledit procédé met en œuvre au moins un agent d'aide au broyage. Ledit agent sera choisi par le fabricant de suspensions de matières minérales parmi tous les agents d'aide au broyage bien connus de lui, et leurs mélanges.

Le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que les matières minérales sont un pigment et/ou une charge minérale choisi parmi le carbonate de calcium synthétique ou naturel, les dolomies, le kaolin, le talc, le gypse, la chaux, la magnésie, le dioxyde de titane, le blanc satin, le trioxyde d'aluminium ou encore le trihydroxyde d'aluminium, le mica, les oxydes de zinc et de fer, le sulfate de baryum et le mélange de ces charges entre elles, comme les mélanges talc-carbonate de calcium, carbonate de calcium kaolin, ou encore les mélanges de carbonate de calcium avec le trihydroxyde d'aluminium ou le trioxyde d'aluminium, ou encore les mélanges avec des fibres

synthétiques ou naturelles ou encore les co-structures des minéraux comme les co-structures talc-carbonate de calcium ou talc-dioxyde de titane, ou leurs mélanges.

5 De manière préférentielle, les matières minérales sont du carbonate de calcium synthétique ou naturel, du dioxyde de titane, ou leurs mélanges.

De manière plus préférentielle, les matières minérales sont un carbonate de calcium synthétique ou un carbonate de calcium naturel choisi parmi le marbre, la calcite, la craie ou leurs mélanges.

10 Le procédé selon l'invention est également caractérisé en ce que les épaississants sont choisis parmi les épaississants naturels, tels que les gommes naturelles, les CMC (Carboxyméthylcelluloses) et les HEC (Hydroxyéthylcelluloses) ou les épaississants synthétiques, tels que les gommes synthétiques, les épaississants acryliques de type HASE (Emulsions modifiées hydrophobiquement et épaississantes en milieu alcalin ou Hydrophobically modified Alkali-swella-ble Emulsions) ou ASE (Emulsions
15 épaississantes en milieu alcalin ou Alkali Soluble Emulsions), polyuréthanes, polyéthers, polyesters ou, à base de PVP (polyvinylpyrrolidone).

20 De manière préférentielle, les épaississants sont choisis parmi les épaississants acryliques de type HASE (Emulsions modifiées hydrophobiquement et épaississantes en milieu alcalin ou Hydrophobically modified Alkali-swella-ble Emulsions) et les épaississants polyuréthanes.

25 Le procédé selon l'invention se caractérise aussi en ce que l'on met en oeuvre au moins 15 % en poids sec de matières minérales par rapport au poids total de la suspension aqueuse, de 0,01 % à 5 % en poids sec d'agents épaississants par rapport au poids total de la suspension aqueuse, et de 0 à 5 % en poids sec d'agents d'aide au broyage par rapport au poids total de la suspension aqueuse.

30 De manière préférentielle, ledit procédé se caractérise en ce que l'on met en oeuvre au moins 30 % en poids sec de matières minérales par rapport au poids total de la suspension aqueuse, de 0,5 % à 1,5 % en poids sec d'agents épaississants par rapport au poids total de la suspension aqueuse, et de 0 à 2 % en poids sec d'agents d'aide au broyage par rapport au poids total de la suspension aqueuse.

De manière encore plus préférentielle, ledit procédé se caractérise en ce que l'on met en oeuvre au moins 50 % en poids sec de matières minérales par rapport au poids total de la suspension aqueuse, de 0,5 % à 1,5 % en poids sec d'agents épaississants par rapport au poids total de la suspension aqueuse, et aucun agent d'aide au broyage.

5

Un autre objet de l'invention réside dans les suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'agents épaississants obtenues par le procédé selon l'invention, et caractérisées en ce qu'elles contiennent au moins 15 % en poids sec de matières minérales par rapport au poids total de la suspension aqueuse, de 0,01 % à 5 % en poids sec d'agents épaississants par rapport au poids total de la suspension aqueuse, et de 0 à 5 % en poids sec d'agents d'aide au broyage par rapport au poids total de la suspension aqueuse.

10

De manière préférentielle, lesdites suspensions de matières minérales se caractérisent en ce qu'elles contiennent au moins 30 % en poids sec de matières minérales par rapport au poids total de la suspension aqueuse, de 0,5 % à 1,5 % en poids sec d'agents épaississants par rapport au poids total de la suspension aqueuse, et de 0 à 2 % en poids sec d'agents d'aide au broyage par rapport au poids total de la suspension aqueuse.

15

20

De manière encore plus préférentielle, lesdites suspensions de matières minérales se caractérisent en ce qu'elles contiennent au moins 50 % en poids sec de matières minérales par rapport au poids total de la suspension aqueuse, de 0,5 % à 1,5 % en poids sec d'agents épaississants par rapport au poids total de la suspension aqueuse, et aucun agent d'aide au broyage.

25

Les suspensions aqueuses de matières minérales obtenues par le procédé selon l'invention se caractérisent également en ce qu'elles présentent une granulométrie telle qu'au moins 50 % des particules de matières minérales ont un diamètre inférieur ou égal à 30 μm , c'est-à-dire un diamètre médian d_{50} inférieur ou égal à 30 μm .

30

Dans l'intégralité de la présente demande, on détermine la granulométrie des suspensions à l'aide d'un granulomètre Mastersizer™ 2000 de la société MALVERN™.

De manière préférentielle, les suspensions aqueuses de matières minérales obtenues par le procédé selon l'invention se caractérisent également en ce qu'elles présentent une granulométrie telle qu'au moins 50 % des particules de matières minérales ont un diamètre inférieur ou égal à 15 μm .

5

De manière encore plus préférentielle, les suspensions aqueuses de matières minérales obtenues par le procédé selon l'invention se caractérisent également en ce qu'elles présentent une granulométrie telle qu'au moins 50 % des particules de matières minérales ont un diamètre inférieur ou égal à 10 μm .

10

Enfin, de manière extrêmement préférentielle, les suspensions aqueuses de matières minérales obtenues par le procédé selon l'invention se caractérisent également en ce qu'elles présentent une granulométrie telle qu'au moins 50 % des particules de matières minérales ont un diamètre inférieur ou égal à 5 μm .

15

Lesdites suspensions aqueuses se caractérisent également en ce que les matières minérales sont un pigment et/ou une charge minérale choisi parmi le carbonate de calcium synthétique ou naturel, les dolomies, le kaolin, le talc, le gypse, la chaux, la magnésie, le dioxyde de titane, le blanc satin, le trioxyde d'aluminium ou encore le trihydroxyde d'aluminium, le mica, les oxydes de zinc et de fer, le sulfate de baryum et le mélange de ces charges entre elles, comme les mélanges talc-carbonate de calcium, carbonate de calcium-kaolin, ou encore les mélanges de carbonate de calcium avec le trihydroxyde d'aluminium ou le trioxyde d'aluminium, ou encore les mélanges avec des fibres synthétiques ou naturelles ou encore les co-structures des minéraux comme les co-structures talc-carbonate de calcium ou talc-dioxyde de titane, ou leurs mélanges.

20

25

De manière préférentielle, les matières minérales sont du carbonate de calcium synthétique ou naturel, du dioxyde de titane, ou leurs mélanges.

30

De manière plus préférentielle, les matières minérales sont un carbonate de calcium synthétique ou un carbonate de calcium naturel choisi parmi le marbre, la calcite, la craie ou leurs mélanges.

- Les suspensions aqueuses de matières minérales selon l'invention sont aussi caractérisées en ce que les épaississants sont choisis parmi les épaississants naturels, tels que les gommes naturelles, les CMC (Carboxyméthylcelluloses) et les HEC (Hydroxyéthylcelluloses) ou les épaississants synthétiques, tels que les gommes synthétiques, les épaississants acryliques de type HASE (Emulsions modifiées hydrophobiquement et épaississantes en milieu alcalin ou Hydrophobically modified Alkali-swellable Emulsions) ou ASE (Emulsions épaississantes en milieu alcalin ou Alkali Soluble Emulsions), polyuréthanes, polyéthers, polyesters ou, à base de PVP (polyvinylpyrrolidone).
- De manière préférentielle, les suspensions aqueuses de matières minérales selon l'invention sont aussi caractérisées en ce que les épaississants sont choisis parmi les épaississants acryliques de type HASE (Emulsions modifiées hydrophobiquement et épaississantes en milieu alcalin ou Hydrophobically modified Alkali-swellable Emulsions) et les épaississants polyuréthanes.
- Un autre objet de l'invention est l'utilisation desdites suspensions dans des formulations aqueuses, en particulier des formulations de revêtements telles que notamment des peintures aqueuses, des crépis, des encres, des enduits, des mastics, des adhésifs, des colles, et d'autres formulations aqueuses incorporant des matières minérales.
- Un dernier objet de l'invention réside dans les formulations aqueuses obtenues selon l'invention.
- Ainsi, les peintures aqueuses, les crépis, les encres, les enduits, les mastics, les adhésifs, les formulations aqueuses incorporant des matières minérales et les colles selon l'invention se caractérisent en ce qu'ils contiennent les suspensions aqueuses minérales selon l'invention broyées en présence d'épaississants.
- Les exemples suivants illustrent l'invention sans toutefois en limiter la portée.

Exemple 1

- Cet exemple concerne la fabrication de suspensions aqueuses de matières minérales à travers un procédé de broyage selon l'invention, en présence d'un épaississant (essai n° 1 à 5), et en présence d'un épaississant et d'un agent d'aide au broyage classique (essai n° 6). Il concerne aussi les suspensions de matières minérales ainsi obtenues, à partir du procédé de broyage selon l'invention.

Dans les essais n° 1 à 6, on utilise un carbonate de calcium qui est du marbre provenant d'Avenza (Italie), et qui présente un diamètre médian initial noté d_{50} égal à 10 μm (50 % des particules de carbonate de calcium possèdent un diamètre inférieur ou égal à 10 μm). Il est commercialisé par la société OMYA™ sous le nom

5 Omyacarb™ 10 AV.

- On utilise un broyeur du type Dyno-Mill™ à cylindre fixe et impulseur tournant, dont le corps broyeur est constitué par des billes à base de zirconium de diamètre compris dans l'intervalle 0,6 millimètre à 1 millimètre.
- 10 – Le volume total occupé par le corps broyeur est de 1000 centimètres cubes tandis que sa masse est de 2700 g.
- La chambre de broyage a un volume de 1400 centimètres cubes.
- 15 – La vitesse circonférentielle du broyeur est de 10 mètres par seconde.
- La suspension de pigment est recyclée à raison de 40 litres par heure.
- 20 – La sortie du Dyno-Mill™ est munie d'un séparateur de mailles 200 microns permettant de séparer la suspension résultant du broyage et le corps broyeur.
- La température lors de chaque essai de broyage est maintenue à environ 30°C.
- 25 On commence par mélanger dans l'eau la poudre sèche de carbonate de calcium avec l'épaississant, le mélange étant ensuite broyé au moyen du dispositif précédemment décrit. Le temps de broyage est adapté à la granulométrie souhaitée.

Par la suite, la granulométrie des suspensions est déterminée comme suit.

30 Après le broyage, on récupère dans un flacon un échantillon de la suspension pigmentaire dont la granulométrie est mesurée à l'aide d'un granulomètre Mastersizer™ 2000 commercialisé par la société MALVERN™. On détermine alors le

diamètre médian d_{50} des particules de carbonate de calcium ainsi affinées.

La viscosité Brookfield™ des suspensions est déterminée comme suit.

- La viscosité Brookfield™ de la suspension est mesurée à l'aide d'un viscosimètre Brookfield™ type RVT, dans le flacon non agité, à une température de 25°C et à deux vitesses de rotation de 10 et 100 tours par minute avec le mobile adéquat. La lecture est effectuée après 1 minute de rotation. On obtient ainsi 2 mesures de viscosité Brookfield™ respectivement notées μ_{10} et μ_{100} .
- Après une minute d'agitation du flacon resté au repos pendant 8 jours, la viscosité Brookfield™ de la suspension est mesurée selon la même méthode.

Essai n° 1

- Cet essai illustre l'invention et met en œuvre 0,64 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un épaississant acrylique commercialisé par la société COATEX™ sous le nom Rheo 2000™. Il met également en œuvre 64,6 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension du carbonate de calcium d'Avenza, et le reste d'eau.

Essai n° 2

- Cet essai illustre l'invention et met en œuvre 0,60 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un épaississant acrylique commercialisé par la société COATEX™ sous le nom Rheo 2000™. Il met également en œuvre 60,0 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension du carbonate de calcium d'Avenza, et le reste d'eau.

Essai n° 3

- Cet essai illustre l'invention et met en œuvre 0,37 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un épaississant qui est un éther cellulosique commercialisé par la société AQUALON™ sous le nom Natrosol™ 250 HHR. Il met également en œuvre 52,6 % en poids sec du carbonate de calcium d'Avenza par rapport au poids total de la suspension, et le reste d'eau.

Essai n° 4

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre 0,61 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un épaississant polyuréthane de type HEUR commercialisé par la société COATEX™ sous le nom COAPUR™ 3025. Il met également en œuvre 61,0 % en poids sec du carbonate de calcium d'Avenza par rapport au poids total de la suspension, et le reste d'eau.

Essai n° 5

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre 0,51 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un épaississant polyuréthane de type HEUR commercialisé par la société COATEX™ sous le nom COAPUR™ 3025. Il met également en œuvre 51,5 % en poids sec du carbonate de calcium d'Avenza par rapport au poids total de la suspension, et le reste d'eau.

Essai n° 6

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre 0,50 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un épaississant acrylique commercialisé par la société COATEX™ sous le nom Rheo 2000™. Il met également en œuvre 56,7 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension du carbonate de calcium d'Avenza. Il met aussi en œuvre 0,3 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un agent d'aide au broyage qui est un polyacrylate de sodium, et le reste d'eau.

Les caractéristiques des suspensions obtenues à partir des essais n° 1 à n° 6 sont rassemblées dans le tableau 1.

Essai n°	Invention					
	1	2	3	4	5	6
CaCO ₃ (% en poids sec)	64,6	60,0	52,6	61,0	51,5	56,7
Épaississant (% en poids sec)	0,64	0,60	0,37	0,61	0,51	0,50
Agent d'aide au broyage (% en poids sec)	0	0	0	0	0	0,30
d ₅₀ (µm)	4,9	2,0	4,7	5,2	2,3	5,3
Viscosité à T=0	µ ₀₁ (mPa.s)	2550	4740	4540	4720	8800
	µ ₀₂ (mPa.s)	1580	1530	1240	960	1420
Viscosité à T=6 jours	µ ₀₁ (mPa.s)	1720	3880	4720	6650	8250
	µ ₀₂ (mPa.s)	930	1090	1470	1195	2250

Tableau 1 : caractéristiques des suspensions aqueuses de carbonate de calcium broyé selon l'invention.

Les pourcentages en poids sec s'entendent par rapport au poids total de la suspension.

d_{50} désigne le diamètre médian des particules de carbonate de calcium après broyage (50 % des particules ont un diamètre inférieur à cette valeur).

5

T = 0 désigne l'instant initial auquel sont mesurées les viscosités Brookfield™ à 10 et 100 tours par minute, notées respectivement μ_{10} et μ_{100} .

10

T = 8 jours désigne l'instant t=8 jours, auquel sont mesurées après agitation les viscosités Brookfield™ à 10 et 100 tours par minute, notées respectivement μ_{10} et μ_{100} .

15

Les diamètres médians correspondant aux essais n° 1 à n° 6 démontrent que, pour le procédé selon l'invention, les épaississants utilisés se comportent bel et bien comme des agents d'aide au broyage, au sens où on observe une diminution notable de la taille des particules de carbonate de calcium.

Enfin, on constate que chaque suspension obtenue selon l'invention est stable dans le temps.

20

Exemple 2

Cet exemple concerne la fabrication de peintures aqueuses, à partir de suspensions aqueuses de carbonate de calcium broyé en présence d'agents épaississants selon l'invention, ou à partir de poudres sèches de carbonate de calcium selon l'art antérieur.

25

Les peintures sont formulées par le mélange des différents constituants, selon des procédés bien connus de l'homme du métier. La Demanderesse indique que, dans les essais suivants, elle n'a indiqué que la nature des carbonates et des épaississants utilisés. Les peintures contiennent bien entendu un grand nombre d'autres additifs. La liste complète des constituants de chaque peinture, ainsi que leurs proportions, figurent dans les tableaux récapitulatifs.

30

Pour chaque peinture formulée, on détermine sa viscosité ICT™, Stormer™ et Brookfield™, selon les méthodes suivantes.

20

La viscosité ICI™ est déterminée sur un viscosimètre cône-plan, dit viscosimètre ICI™, commercialisé par la société ERICHSEN™, selon la méthode parfaitement connue de l'homme du métier. La mesure est réalisée à 25°C et est notée μ^I (P).

- 5 La viscosité Stormer™ est déterminée sur un viscosimètre Stormer™ de type KU-1 commercialisé par la société Brookfield™, équipé d'un système de mesures unique. La mesure est réalisée à 25°C et notée μ^S (K.U).
- La viscosité Brookfield™ des peintures est déterminée à 25°C de la même manière que celle indiquée pour l'exemple 1 dans le cas des suspensions de matières minérales. Elle
- 10 est notée μ^B_{10} (mPa.s) et μ^B_{100} (mPa.s) selon qu'elle est déterminée à 10 et à 100 tours par minute.

Essai n° 7

- Cet essai concerne la formulation d'une peinture mate, selon l'art antérieur, dans
- 15 laquelle le carbonate est introduit uniquement sous forme de poudre sèche.
- Il s'agit ici d'un mélange de 2 carbonates de calcium qui est du marbre provenant d'Avenza (Italie), l'un possédant un diamètre médian de 5 μ m (50 % des particules ont un diamètre inférieur à 5 μ m) et l'autre un diamètre médian de 2 μ m. Ils sont commercialisés par la société OMYA™ sous les noms respectifs de Omyacarb™ 5-
- 20 AV et Omyacarb™ 2-AV. L'épaississant utilisé est un épaississant acrylique commercialisé par la société COATEX™ sous le nom Rheo 2000™.

Essai n° 8

- Cet essai concerne la formulation d'une peinture mate, selon l'invention.
- 25 Une partie du carbonate de calcium est introduite sous forme de poudre sèche : il s'agit d'un carbonate de calcium qui est du marbre provenant d'Avenza (Italie), avec un diamètre médian de 5 μ m. Il est commercialisé par la société OMYA™ sous le nom de Omyacarb™ 5-AV.
- L'autre partie est introduite sous forme de la suspension aqueuse selon l'invention et
- 30 décrite dans l'essai n° 1.

Essai n° 9

Cet essai concerne la formulation d'une peinture mate, selon l'invention.

Une partie du carbonate de calcium est introduite sous forme de poudre sèche : il s'agit d'un carbonate de calcium qui est du marbre provenant d'Avenza (Italie), avec un diamètre médian de 2 μm . Il est commercialisé par la société OMYA™ sous le nom de Omyacarb™ 2-AV.

5

L'autre partie est introduite sous forme de la suspension aqueuse selon l'invention et décrite dans l'essai n° 2.

Essai n° 10

10 Cet essai concerne la formulation d'une peinture mate, selon l'invention.

Une partie du carbonate de calcium est introduite sous forme de poudre sèche : il s'agit d'un mélange de 2 carbonates de calcium qui est du marbre provenant d'Avenza (Italie), l'un possédant un diamètre médian de 5 μm (50 % des particules ont un diamètre inférieur à 5 μm) et l'autre un diamètre médian de 2 μm . Ils sont commercialisés par la société OMYA™ sous les noms respectifs de Omyacarb™ 5-AV et Omyacarb™ 2-AV.

15

L'autre partie est introduite sous forme de 2 suspensions aqueuses selon l'invention et décrites dans les essais n° 1 et n° 2.

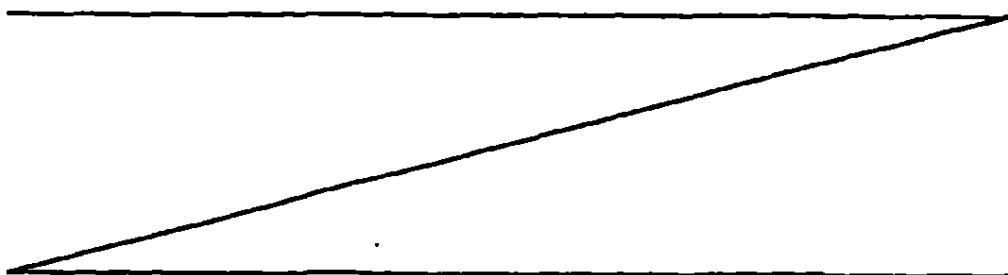
20

La liste des constituants ainsi que leur proportions en poids sont indiquées dans le tableau 2, pour les peintures correspondant aux essais n° 7 à n° 10.

Pour les peintures correspondant à ces 4 essais, l'homme du métier a travaillé à masse constante de chaque constituant : à ce titre, la masse de carbonate de calcium est identique pour ces essais et égale à 500 g, celle d'agent épaississant est identique et égale à 20 g.

25

30



Constituants	Essai n° 7 (Art Antérieur)	Essai n° 8 (Invention)	Essai n° 9 (Invention)	Essai n° 10 (Invention)
Suspension de carbonate broyé selon l'essai n°1	0	466,1	0	233,1
Suspension de carbonate broyé selon l'essai n°2	0	0	333,3	166,7
Omyacarb™ 5-AV	300,0	0	300,0	150,0
Omyacarb™ 2-AV	200,0	200,0	0	150,0
Tiona™ RL 68	80,0	80,0	80,0	80,0
Eau (ajoutée en plus)	209,3	54,5	83,4	68,6
Rheo 2000™	20,0	10,0	13,3	11,7
Costar™ P90	4,0	4,0	4,0	4,0
Mergal™ K6N	2,0	2,0	2,0	2,0
Nopco™ NDW	2,0	2,0	2,0	2,0
Butyldiglycol	10,0	10,0	10,0	10,0
White Spirit	10,0	10,0	10,0	10,0
Ammoniaque	2,7	1,4	2,0	1,7
Acronal™ 290 D	160,0	160,0	160,0	160,0
Total	1000,0	1000,0	1000,0	1000,0

Tableau 2 : composition des peintures formulées selon les essais 7 à 10.

5

Les chiffres désignent des masses en poids.

Tiona™ RL 68 désigne du dioxyde de titane commercialisé par la société MILLENNIUM™

10

Costar™ P90 est un dispersant polyacrylique commercialisé par la société COATEX™

Mergal™ K6N est un bactéricide commercialisé par la société TROY™

15

Nopco™ NDW est un agent anti-mousse commercialisé par la société COGNIS™

Acronal™ 290 D est un liant acrylique commercialisé par la société BASF™

20

Les valeurs des viscosités ICI™, Stormer™ et Brookfield™, mesurées à différents instants, pour les peintures formulées lors des essais 7 à 10 sont résumées dans le tableau 2 bis.

Viscosités		Essai n°7 (Art Antérieur)	Essai n°8 (Invention)	Essai n°9 (Invention)	Essai n°10 (Invention)
T = 0	μ^1 (Po)	2,2	2,4	2,2	2,4
	μ^3 (K.U)	87	91	90	95
	μ^8_{10} (mPa.s)	4400	4400	4300	4600
	μ^8_{100} (mPa.s)	1390	1890	1850	1900
T = 24 heures	μ^1 (Po)	2,3	2,3	2,4	2,4
	μ^3 (K.U)	89	95	94	95
	μ^8_{10} (mPa.s)	4300	4800	4700	4800
	μ^8_{100} (mPa.s)	1630	2010	1950	2010
T = 7 jours	μ^8_{10} (mPa.s)	4600	5200	5300	4800
	μ^8_{100} (mPa.s)	1670	2080	2120	1920

Tableau 2 bis : viscosités mesurées sur les peintures formulées selon les essais n° 7 à n° 10.

- 5 μ^1 (Po) : viscosité ICT™
 μ^3 (K.U) : viscosité Stormer™
 μ^8_{10} (mPa.s) : viscosité Brookfield™ déterminée à 10 tours par minute
 μ^8_{100} (mPa.s) : viscosité Brookfield™ déterminée à 100 tours par minute
- 10 Les résultats du tableau 2 bis démontrent que les peintures formulées selon l'invention possèdent un comportement rhéologique amélioré par rapport à l'art antérieur : on observe une augmentation des viscosités ICT™ et Stormer™. Cette amélioration conduit à une meilleure qualité d'application des peintures.
- 15 D'autre part, les viscosités Brookfield™ observées pour les peintures selon l'invention démontrent que ces formulations sont stables dans le temps.
- 20 D'autre part, un certain nombre de propriétés optiques ont été déterminées pour les peintures formulées selon les essais n° 7 à n° 10.
- 25 Le pouvoir couvrant humide PC des peintures formulées selon les essais n° 7 à n° 10 a été comparé visuellement sur des cartes de contrastes, immédiatement après application au moyen d'un tire-film manuel standard d'une épaisseur de 150 μ m desdites peintures.

Les essais n° 8 à n° 10 selon l'invention, démontrent un pouvoir couvrant identique à celui obtenu pour l'essai n° 7 pris comme référence.

- 5
- Les coordonnées chromatiques L et b figurant dans le tableau 3 appartiennent à l'espace chromatique (L, a, b, Hunter) et sont déterminées sur un film sec de la peinture à tester, préalablement appliquée au moyen d'un tire-film manuel standard en une épaisseur de 150 µm sur une plaque de verre, puis séchée à 23°C pendant 24 heures dans une enceinte climatique à un taux d'humidité de 50 %.
- 10
- La valeur du rapport de contraste RC (%) = Y_n / Y_b est mesurée sur un spectrocolumètre Spectro-Pen™ commercialisé par la société DR LANGE™. La peinture a été préalablement appliquée au moyen d'un tire-film manuel standard, en une épaisseur de 150 µm sur une carte de contraste. On mesure alors la valeur de la réflectance Y_b sur la partie blanche du substrat et la valeur de la réflectance Y_n sur la
- 15
- partie noire du substrat. La valeur obtenue dans l'espace chromatique (X, Y, Z) est une moyenne réalisée sur trois mesures.

- La brillance a été mesurée sur un réflectomètre Micro-Tri-Gloss™ commercialisé par la société BRANDT™ à des angles égaux à 60° et 85° (BS 60 et BS 85) selon la
- 20
- norme NF T 30-064. La peinture a été préalablement appliquée au moyen d'un tire-film manuel standard, en une épaisseur de 150 µm sur une plaque de verre.

Propriétés optiques	Essai n° 7 (Art Antérieur)	Essai n° 8 (Invention)	Essai n° 9 (Invention)	Essai n° 10 (Invention)
PC	référence	identique à la référence	identique à la référence	identique à la référence
L	97,4	97,4	97,5	97,6
B	1,1	1,2	1,1	1,05
RC (%)	97,1	97,3	97,2	97,2
BS 60	3,8	3,9	3,7	3,8
BS 85	4,0	4,0	3,9	4,1

Tableau 3 : propriétés optiques mesurées sur les peintures formulées selon les essais n° 7 à n° 10.

25

PC : pouvoir couvrant humide estimé visuellement

2.5

L : blancheur mesurée sur un spectrocolorimètre Spectro-Pen™ commercialisé par la société DR LANGE™

5 b : sous ton mesuré sur un spectrocolorimètre Spectro-Pen™ commercialisé par la société DR LANGE™

RC (%) : rapport de contraste mesuré sur un spectrocolorimètre Spectro-Pen™ commercialisé par la société DR LANGE™

10 BS 60, BS 85 : mesures de brillance à 60 et 85 ° réalisées sur un réflectomètre mètre Micro-Tri-Gloss™ commercialisé par la société BRANDT™, selon la norme NF T 30-064.

15 Les résultats du tableau 3 démontrent que les propriétés optiques mesurées pour les peintures formulées selon l'invention sont équivalentes à celles de l'art antérieur.

Enfin, pour les essais n° 7 à n° 10, on a déterminé la compatibilité pigmentaire des peintures ainsi formulées, par la mesure du paramètre Delta E (ΔE).

20

La détermination de la valeur du Delta E (ΔE) de la formulation aqueuse colorée mate est effectuée par ajout, à la base blanche, de 5 % en poids de pigment noir, c'est-à-dire de 50 grammes de pigment noir (COLANYL™ Noir commercialisé par la société CLARIANT™) dans 190 grammes de peinture blanche.

25

Ce test de mesure de ΔE est celui dénommé « essai de gommage au doigt », connu par l'homme du métier sous le vocable « rub out ».

30 Ce test consiste à appliquer sans cisaillement, à l'aide d'un filmographe, 150 micromètres de la formulation de la peinture mate ou satinée colorée à tester sur une carte de contraste, c'est-à-dire lentement et sans contrainte et à attendre 45 secondes puis à appliquer un cisaillement par frottement, avec le doigt, du film encore visqueux de peinture, pendant trente secondes en un endroit quelconque.

Après séchage du film, la différence colorimétrique entre la zone cisailée (zone frottée) et la zone non cisailée (zone du film non frotté) déterminée au moyen du spectrophotomètre Spectro-Pen™, permet d'évaluer (valeur du ΔE) si la composition de peinture testée présente ou non une bonne compatibilité pigmentaire.

5

Les valeurs de ΔE déterminées pour les formulations colorées réalisées à partir des peintures correspondant aux essais n° 7 à n° 10 sont indiquées dans le tableau 4.

Formulations colorées réalisées à partir de la base blanche de l'essai :	n° 7 (Art Antérieur)	n° 8 (Invention)	n° 9 (Invention)	n° 10 (Invention)
ΔE	0,6	0,5	0,4	0,5

10

Tableau 4 : valeurs de ΔE mesurées pour différentes formulations colorées réalisées à partir des bases blanches correspondant aux essais n° 7 à n° 10.

15 Les valeurs du tableau 4 démontrent que la compatibilité pigmentaire des peintures colorées formulées selon l'invention reste identique à celle correspondant à l'essai selon l'art antérieur.

Essai n° 11

20 Cet essai concerne la formulation d'une peinture satinée, selon l'art antérieur, dans laquelle le carbonate est introduit uniquement sous forme de poudre sèche.
Il s'agit ici d'un carbonate de calcium qui est du marbre provenant d'Avenza (Italie), possédant un diamètre médian de 2 µm. Il est commercialisé par la société OMYA™ sous le nom de Omyacarb™ 2-AV.

25 L'épaississant utilisé est un épaississant polyuréthane de type HEUR commercialisé par la société COATEX™ sous le nom Coapur™ 3025.

Essai n° 12

Cet essai concerne la formulation d'une peinture satinée, selon l'invention.

30 Le carbonate de calcium est introduit sous forme de la suspension aqueuse selon l'invention et décrite dans l'essai n° 5.

27

La liste des constituants ainsi que leur proportions en poids sont indiquées dans le tableau 5, pour les peintures correspondant aux essais n° 11 et n° 12.

5 Pour les peintures correspondant à ces 2 essais, le formulateur a travaillé à masse constante de chaque constituant : à ce titre, la masse de carbonate de calcium est identique pour ces essais et égale à 150 g, celle d'épaississant est identique et égale à 20 g.

Constituants	Essai n°11 (Art Antérieur)	Essai n°12 (Invention)
Suspension de carbonate broyé selon l'essai n°5	0	291,3
Omycarb™ 2-AV	150,0	0
Tiona™ RL 68	200,0	200,0
Eau (ajoutée en plus)	90,0	0
Coapur™ 3025	20,0	14,0
Coatex™ BR3	4,0	4,0
Mergal™ K6N	2,0	2,0
Nopco™ NDW	1,0	1,0
Butyldiglycol	15,0	15,0
Ammoniaque	3,2	3,2
Togo Foamex™ 1488	1,0	1,0
Tetanol™	15,0	15,0
Acronal™ 290 D	440,0	440,0
Total	1000,0	1000,0

10 **Tableau 5 : composition des peintures formulées selon les essais n° 11 et n° 12.**

Les chiffres désignent des masses en poids.

15 Tiona™ RL 68 désigne du dioxyde de titane commercialisé par la société MILLENNIUM™

Coatex™ P90 est un dispersant polyacrylique commercialisé par la société COATEX™

20

Mergal™ K6N est un bactéricide commercialisé par la société TROY™

Nopco™ NDW est un agent anti-mousse commercialisé par la société COGNIS™

28

Tego Fomnex™ 1488 est un agent antimousse commercialisé par la société TEGO CHEMIE™

Texanol™ est un agent de coalescence commercialisé par la société EASTMAN KODAK™

Acronal™ 290 D est un liant acrylique commercialisé par la société BASF™

Les valeurs des viscosités ICI™, Stormer™ et Brookfield™, mesurées à différents instants, pour les peintures formulées lors des essais n° 11 et n° 12 sont résumées dans le tableau 5 bis.

Viscosités		Essai n°11 (Art Antérieur)	Essai n°12 (Invention)
T = 0	μ^I (Po)	2,3	2,4
	μ^S (K.U)	94	96
	μ^B_{10} (mPa.s)	4400	4600
	μ^B_{100} (mPa.s)	1900	2010
T = 24 heures	μ^I (Po)	2,5	2,7
	μ^S (K.U)	103	107
	μ^B_{10} (mPa.s)	6800	6900
	μ^B_{100} (mPa.s)	2790	2930

Tableau 5 bis : viscosités mesurées sur les peintures formulées selon les essais n° 11 et n° 12.

- μ^I (Po) : viscosité ICI™
- μ^S (K.U) : viscosité Stormer™
- μ^B_{10} (mPa.s) : viscosité Brookfield™ déterminée à 10 tours par minute
- μ^B_{100} (mPa.s) : viscosité Brookfield™ déterminée à 100 tours par minute

Les résultats du tableau 5 bis démontrent que la peinture formulée selon l'invention possède un comportement rhéologique amélioré par rapport à l'art antérieur : on observe une augmentation des viscosités ICI™ et Stormer™. Cette amélioration conduit à une meilleure qualité d'application des peintures.

D'autre part, les viscosités Brookfield™ observées pour les peintures selon l'invention démontrent que ces formulations sont stables dans le temps.

Essai n° 13

Cet essai concerne la formulation d'une peinture mate, selon l'art antérieur.

Une partie du carbonate de calcium est introduite sous forme de poudre sèche : il s'agit d'un carbonate de calcium qui est du marbre d'Avenza, avec un diamètre médian de 2 μm . Il est commercialisé par la société OMYA™ sous le nom de Omyacarb™ 2-AV.

L'autre partie est introduite sous forme d'une suspension aqueuse de carbonate de calcium qui est du marbre d'Avenza, avec un diamètre médian initial de 10 μm . Cette suspension est obtenue à partir d'un procédé de broyage selon l'art antérieur, en présence de 0,3 % en poids sec d'un agent de broyage classique qui est un polyacrylate de sodium. La suspension obtenue présente une concentration en matière sèche égale à 75 % de son poids total, et le carbonate de calcium ainsi affiné et contenu dans la suspension possède un diamètre médian de 5 μm .

Essai n° 14

Cet essai concerne la formulation d'une peinture mate, selon l'invention.

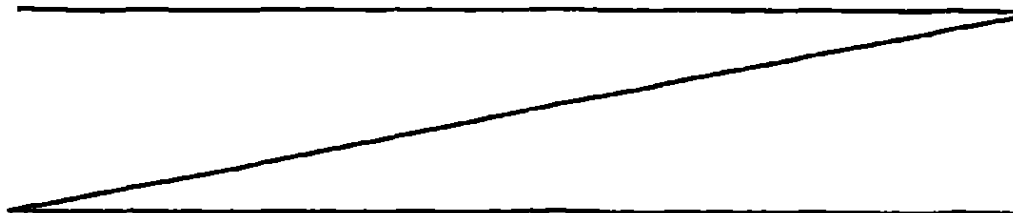
Une partie du carbonate de calcium est introduite sous forme de poudre sèche : il s'agit d'un carbonate de calcium qui est du marbre d'Avenza, avec un diamètre médian de 2 μm . Il est commercialisé par la société OMYA™ sous le nom de Omyacarb™ 2-AV.

L'autre partie est introduite sous forme de la suspension aqueuse de l'essai n° 6.

La liste des constituants ainsi que leurs proportions en poids sont indiquées dans le tableau 6, pour les peintures correspondant aux essais 13 et 14.

Pour les peintures correspondant à ces 2 essais, le formulateur a travaillé à masse constante de chaque constituant : à ce titre, la masse de carbonate de calcium est identique pour ces essais et égale à 500 g, celle de liant est identique et égale à 160 g.

30



Constituants	Essai n°13 (Art Antérieur)	Essai n°14 (Invention)
Suspension de carbonate broyé selon l'essai n°6	0	518,7
Suspension de carbonate broyé en présence de polyacrylate de sodium (art antérieur)	400,0	0
Onyacarb™ 2-AV	200,0	200,0
Tiona™ RL 68	80,0	80,0
Eau (ajoutée en plus)	113,3	3,3
Rhco 2000™	20,0	11,3
Mergal™ K6N	2,0	2,0
Acronal™ 290 D	160,0	160,0
Nopco™ NDW	2,0	2,0
Butyldiglycol	10,0	10,0
White Spirit	10,0	10,0
Ammoniaque	2,7	2,7
Total	1000,0	1000,0

Tableau 6 : composition des peintures formulées selon les essais n° 13 et n° 14.

5 Les chiffres désignent des masses en grammes.

ES désigne l'extrait sec, soit la fraction en poids de matière sèche en %

10 Tiona™ RL 68 désigne du dioxyde de titane commercialisé par la société MILLENNIUM™

Costex™ P90 est un dispersant polyacrylique commercialisé par la société COATEX™

15 Mergal™ K6N est un bactéricide commercialisé par la société TROY™

Nopco™ NDW est un agent anti-mousse commercialisé par la société COGNIS™

Acronal™ 290 D est un liant acrylique commercialisé par la société BASF™

20

Les valeurs des viscosités ICT™, Stormer™ et Brookfield™, mesurées à différents instants, pour les peintures formulées lors des essais n°13 et n°14 sont résumées dans le tableau 6 bis.

Viscosités		Essai n°13 (Art Antérieur)	Essai n°14 (Invention)
T = 0	$\mu^I (P)$	2,2	2,8
	$\mu^S (K.U)$	89	90
	$\mu^B_{10} (mPa.s)$	5500	5600
	$\mu^B_{100} (mPa.s)$	1640	1760
T = 24 heures	$\mu^I (P)$	2,4	2,7
	$\mu^S (K.U)$	92	99
	$\mu^B_{10} (mPa.s)$	5500	6400
	$\mu^B_{100} (mPa.s)$	1870	2300
T = 7 jours	$\mu^B_{10} (mPa.s)$	5700	6300
	$\mu^B_{100} (mPa.s)$	1850	1950
T = 1 mois	$\mu^B_{10} (mPa.s)$	5700	6200
	$\mu^B_{100} (mPa.s)$	1780	1900

Tableau 6 bis : viscosités mesurées sur les peintures formulées selon les essais n° 13 et n° 14.

- 5
- $\mu^I (P)$: viscosité ICI™

$\mu^S (K.U)$: viscosité Stormer™

$\mu^B_{10} (mPa.s)$: viscosité Brookfield™ déterminée à 10 tours par minute

$\mu^B_{100} (mPa.s)$: viscosité Brookfield™ déterminée à 100 tours par minute

- 10
- Les résultats du tableau 6 bis démontrent que la peinture formulée selon l'invention possède un comportement rhéologique amélioré par rapport à l'art antérieur : on observe une augmentation des viscosités ICI™ et Stormer™. Cette amélioration conduit à une meilleure qualité d'application des peintures.

D'autre part, les viscosités Brookfield™ observées pour la peinture selon l'invention
- 15
- démontrent que cette formulation est stable dans le temps.

Exemple 3

- 20
- Cet exemple concerne la fabrication de suspensions aqueuses de matières minérales à travers un procédé de broyage selon l'invention, en présence d'un épaississant (essais n° 15 et 17 à 19), ou d'un mélange de deux épaississants (essai n° 16). Il concerne aussi les suspensions de matières minérales ainsi obtenues, à partir du procédé de broyage selon l'invention.

Dans les essais n° 15 à 18, on utilise un carbonate de calcium qui est du marbre

provenant d'Avenza (Italie), et qui présente un diamètre médian initial noté d_{50} égal à 10 μm (50 % des particules de carbonate de calcium possèdent un diamètre inférieur ou égal à 10 μm). Il est commercialisé par la société OMYA™ sous le nom Omycarb™ 10 AV.

5

Dans l'essai n° 19, on utilise un carbonate de calcium précipité, qui présente un diamètre médian initial noté d_{50} égal à 4,8 μm (50 % des particules de carbonate de calcium possèdent un diamètre inférieur ou égal à 4,8 μm). Il est commercialisé par la société SOLVAY™ sous le nom Socal™ P3.

10

Les matières minérales sont broyées selon le procédé selon l'invention tel que décrit dans l'exemple 1.

Pour les essais n° 15 à 19, la granulométrie des suspensions aqueuses est déterminée, après broyage, de la même manière que celle décrite pour l'exemple 1.

15

On détermine ensuite, selon la même méthode que celle employée au cours de l'exemple 1, les viscosités Brookfield™ à deux vitesses de rotation de 10 et 100 tours par minute -respectivement notées μ_{10} et μ_{100} - et ce, aux instants $t = 0$ et $t = 8$ jours après une minute d'agitation.

20

Essai n° 15

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre 0,25 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un épaississant acrylique de type ASE commercialisé par la société COATEX™ sous le nom Viscoatex™ V46. Il met également en œuvre 50,0 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension du carbonate de calcium d'Avenza, et le reste d'eau.

25

Essai n° 16

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre 0,25 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un épaississant acrylique de type HASE commercialisé par la société COATEX™ sous le nom Rheo 2000™ et 0,25 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un épaississant polyuréthane de type HEUR commercialisé par la société COATEX™ sous le nom Coapur™ 2025. Il met

30

également en œuvre 50,0 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension du carbonate de calcium d'Avenza, et le reste d'eau.

Essai n° 17

- 5 Cet essai illustre l'invention et met en œuvre 0,10 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un épaississant acrylique de type ASE commercialisé par la société COATEX™ sous le nom Rheo 2000™. Il met également en œuvre 20,0 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension du carbonate de calcium d'Avenza, et le reste d'eau.

10

Essai n° 18

- Cet essai illustre l'invention et met en œuvre 0,25 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un épaississant polyéther commercialisé par la société AQUALON™ sous le nom Aquaflo™ NHS 300. Il met également en œuvre 50,0 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension du carbonate de calcium d'Avenza, et le reste d'eau.

15

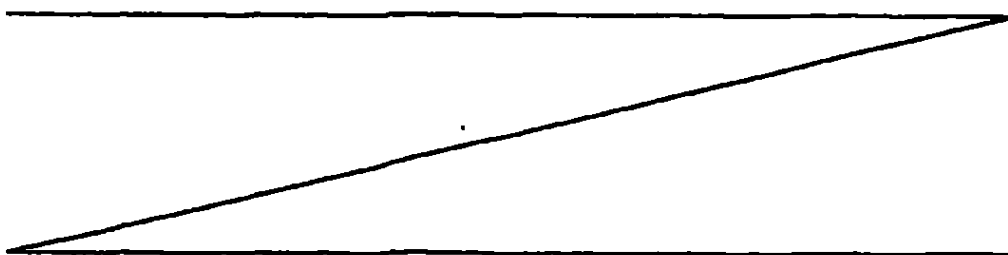
Essai n° 19

- Cet essai illustre l'invention et met en œuvre 0,25 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension, d'un épaississant polyuréthane de type HEUR commercialisé par la société COATEX™ sous le nom Coapur™ 2025. Il met également en œuvre 50,0 % en poids sec par rapport au poids total de la suspension du carbonate de calcium précipité Socal™ P3, et le reste d'eau.

20

- 25 Les valeurs des diamètres médians d_{50} déterminés après broyage, ainsi que les valeurs des viscosités Brookfield™ μ_{10} et μ_{100} , mesurées après broyage aux instants $t = 0$ et $t = 8$ jours après une minute d'agitation, sont indiquées dans le tableau 7.

30



34

		Invention				
Essai n°		15	16	17	18	19
Carbonate de calcium (% en poids sec)		50	50	20	50	50
Épaississant (% en poids sec)		0,25	0,50	0,10	0,25	0,25
d ₅₀ (µm)		5,6	4,9	2,5	4,3	2,1
Viscosité à T=0	µ ₁₀ (mPa.s)	160	50	40	800	1630
	µ ₁₀₀ (mPa.s)	73	30	10	110	250
Viscosité à T=8 jours	µ ₁₀ (mPa.s)	110	45	40	760	3120
	µ ₁₀₀ (mPa.s)	90	30	10	175	110

Tableau 7 : diamètre médian d₅₀ après broyage, et viscosités Brookfield™ µ₁₀ et µ₁₀₀, après broyage (aux instants t = 0 et t = 8 jours après une minute d'agitation)

5

Les diamètres médians correspondant aux essais n° 15 à n° 19 démontrent que, pour le procédé selon l'invention, les épaississants utilisés se comportent bel et bien comme des agents d'aide au broyage, au sens où on observe une diminution notable de la taille des particules de carbonate de calcium.

10

Enfin, on constate que chaque suspension obtenue selon l'invention est stable dans le temps.

15

Exemple 4

Cet exemple illustre l'invention et concerne la fabrication d'un crépi, d'un enduit et d'une colle selon l'invention.

20

Essai n° 20

Cet essai illustre l'invention et concerne la fabrication d'un crépi selon l'invention. Pour ce faire, on réalise donc un crépi, selon les méthodes bien connues de l'homme du métier, et dont la composition est donnée dans le tableau 8. Cet essai met notamment en œuvre la suspension aqueuse de matière minérale broyée selon l'invention, et obtenue au cours de l'essai n° 15.

25

35

Constituants	Poids (g)
Suspension aqueuse de matière minérale selon l'essai n° 15	259,5
Coatex™ P90	3,0
Mergal™ K6N	2,0
TiO2 RL68	60,0
Hydrocarb™	35,0
Durcal™ 130	110,0
Rhodopas™ DS 910 (30%)	200,0
Monéthylène glycol	10,0
White Spirit	10,0
Granicalcium™	300,0
Ammoniaque	2,5
Viscoatex™ 46	18,0

Tableau 8 : composition d'une formulation crépi selon l'invention

- 5
- Coatex™ P90 est un dispersant acrylique commercialisé par la société COATEX™
- Mergal™ K6N est un biocide commercialisé par la société TROY™
- TiO2 RL 68 est du dioxyde de titane commercialisé par la société MILLENIUM™
- 10
- Hydrocarb™ et Durcal™ 130 sont des carbonates de calcium commercialisés par la société OMYA™
- Rhodopas™ DS 910 est un liant styrène acrylique commercialisé par la société
- 15
- RHODIA™
- Viscoatex™ 46 est un épaississant acrylique commercialisé par la société COATEX™
- On obtient ainsi une formulation, dont les viscosités Brookfield™ mesurées à 1, 10 et
- 20
- 100 tours par minute (selon les méthodes précédemment décrites), sont respectivement égales, à l'instant t = 0, à :
- 600 000 mPa.s, 115 000 mPa.s, 15 000 mPa.s.
- Ces viscosités, mesurées à l'instant t = 24 heures, sont respectivement égales à :
- 400 000 mPa.s, 82 000 mPa.s, 14 500 mPa.s.
- 25

36

Ces valeurs démontrent que les viscosités Brookfield™ obtenues sont parfaitement compatibles avec une utilisation de la formulation selon l'invention dans le domaine des crépis.

5 Essai n° 21

Cet essai illustre l'invention et concerne la fabrication d'un enduit selon l'invention.

Pour ce faire, on réalise donc un enduit, selon les méthodes bien connues de l'homme du métier, et dont la composition est donnée dans le tableau 9.

Cet essai met notamment en œuvre la suspension aqueuse de matière minérale broyée selon l'invention, et obtenue au cours de l'essai n° 15.

10

Constituants	Poids (g)
Suspension aqueuse de matière minérale selon l'essai n° 15	798,4
Nopco™ NDW	2,0
Mergal™ K6N	0,6
Myanit™	120,0
Acronal™ 290D (50%)	12,0
Scude 20%	20,0
Viacontex™ 46 (32%)	70,0

Tableau 9 : composition d'une formulation d'enduit selon l'invention

- 15 Nopco™ NDW est un antimousse commercialisé par la société COGNIS™
Mergal™ K6N est un biocide commercialisé par la société TROY™
Myanit™ est un carbonate de calcium commercialisé par la société OMYA™
Acronal™ 290 D est un liant styrène acrylique commercialisé par la société BASF™

- 20 On obtient ainsi une formulation, dont les viscosités Brookfield™ mesurées à 1, 10 et 100 tours par minute (selon les méthodes précédemment décrites mais dans ce cas, avec un module de type Hélipath™), sont respectivement égales, à l'instant t = 0, à :
440 000 mPa.s, 59 000 mPa.s, 18 000 mPa.s.

Ces viscosités, mesurées à l'instant t=24 heures, sont respectivement égales à :

- 25 570 000 mPa.s, 70 000 mPa.s, 20 500 mPa.s.

Ces valeurs démontrent que les viscosités Brookfield™ obtenues sont parfaitement compatibles avec une utilisation de la formulation selon l'invention dans le domaine des enduits.

Essai n° 22

Cet essai illustre l'invention et concerne la fabrication d'une colle selon l'invention. Pour ce faire, on réalise donc une colle, selon les méthodes bien connues de l'homme du métier, et dont la composition est donnée dans le tableau 10.

- 5 Cet essai met notamment en œuvre la suspension aqueuse de matière minérale broyée selon l'invention, et obtenue au cours de l'essai n° 15.

Constituants	Poids (g)
Suspension aqueuse de matière minérale selon l'essai n° 15	199,6
Mergal™ K6N	2,0
Nopco™ NDW	1,0
Rhodopas™ DS 910 (50%)	160,0
Durcal™ 2	140,0
Durcal™ 130	524,4
Butyldiglycol	14,0
Ammoniaque	10,0
Viscotex™ 46	70,0

Tableau 10 : composition d'une formulation de colle selon l'invention

10

Nopco™ NDW est un antimousse commercialisé par la société COGNIST™
Rhodopas™ DS 910 est un liant styrène acrylique commercialisé par la société RHODIA™
Durcal™ 2 et Durcal™ 130 sont des carbonates de calcium commercialisés par la
15 société OMYA™
Viscotex™ 46 est un épaississant acrylique commercialisé par la société COATEX™

20

On obtient ainsi une formulation, dont les viscosités Brookfield™ mesurées à 1, 10 et 100 tours par minute (selon les méthodes précédemment décrites mais dans ce cas, avec un module de type Hélipath™), sont respectivement égales, à l'instant t = 0, à :
975 000 mPa.s, 210 000 mPa.s, 42 000 mPa.s.

25

Ces viscosités, mesurées à l'instant t=24 heures, sont respectivement égales à :
1 070 000 mPa.s, 350 000 mPa.s, 94 000 mPa.s.
Ces valeurs démontrent que les viscosités Brookfield™ obtenues sont parfaitement compatibles avec une utilisation de la formulation selon l'invention dans le domaine des colles.

REVENDICATIONS

1 - Procédé de fabrication d'une suspension stable de matières minérales dans l'eau, caractérisé en ce que lesdites matières minérales sont broyées en présence
5 d'épaississants.

2 - Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que les matières minérales sont un pigment et/ou une charge minérale choisi parmi le carbonate de calcium synthétique ou naturel, les dolomies, le kaolin, le talc, le gypse, la chaux, la magnésie, le dioxyde
10 de titane, le blanc satin, le trioxyde d'aluminium ou encore le trihydroxyde d'aluminium, le mica, les oxydes de zinc et de fer, le sulfate de baryum et le mélange de ces charges entre elles, comme les mélanges talc-carbonate de calcium, carbonate de calcium-kaolin, ou encore les mélanges de carbonate de calcium avec le trihydroxyde d'aluminium ou le trioxyde d'aluminium, ou encore les mélanges avec
15 des fibres synthétiques ou naturelles ou encore les co-structures des minéraux comme les co-structures talc-carbonate de calcium ou talc-dioxyde de titane, ou leurs mélanges.

3 - Procédé selon la revendication 2 caractérisé en ce que les matières minérales sont
20 du carbonate de calcium synthétique ou naturel, du dioxyde de titane, ou leurs mélanges.

4 - Procédé selon la revendication 3 caractérisé en ce que les matières minérales sont un carbonate de calcium synthétique ou un carbonate de calcium naturel choisi parmi
25 le marbre, la calcite, la craie ou leurs mélanges.

5 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que les épaississants sont choisis parmi les épaississants naturels, et en particulier choisis parmi les gommes naturelles, les CMC (Carboxyméthylcelluloses) et les HEC (Hydroxyéthylcelluloses),
30 ou choisis parmi les épaississants synthétiques, et en particulier choisis parmi les gommes synthétiques, les épaississants acryliques de type HASE (Emulsions modifiées hydrophobiquement et épaississantes en milieu alcalin ou Hydrophobically modified Alkali-swellaable Emulsions) ou ASE (Emulsions épaississantes en milieu

alcalin ou Alkali Soluble Emulsions), polyuréthanes, polyéthers, polyesters ou à base de PVP (polyvinylpyrrolidone).

- 5 6 - Procédé selon la revendication 5 caractérisé en ce que les épaississants sont choisis parmi les épaississants acryliques de type HASE (Emulsions modifiées hydrophobiquement et épaississantes en milieu alcalin ou Hydrophobically modified Alkali-swellable Emulsions) et les épaississants polyuréthanes.
- 10 7 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 6 caractérisé en ce qu'il est de plus mis en œuvre au moins un agent d'aide au broyage.
- 15 8 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 7 caractérisé en ce qu'il met en œuvre au moins 15 % en poids sec de matières minérales par rapport au poids total de la suspension aqueuse, de 0,01 % à 5 % en poids sec d'épaississants par rapport au poids total de la suspension aqueuse, et de 0 à 5 % en poids sec d'agents d'aide au broyage par rapport au poids total de la suspension aqueuse.
- 20 9 - Procédé selon la revendication 8 caractérisé en ce qu'il met en œuvre au moins 30 % en poids sec de matières minérales par rapport au poids total de la suspension aqueuse, de 0,5 % à 1,5 % en poids sec d'épaississants par rapport au poids total de la suspension aqueuse, et de 0 à 2 % en poids sec d'agents d'aide au broyage par rapport au poids total de la suspension aqueuse.
- 25 10 - Procédé selon la revendication 9 caractérisé en ce qu'il met en œuvre au moins 50 % en poids sec de matières minérales par rapport au poids total de la suspension aqueuse, de 0,5 % à 1,5 % en poids sec d'épaississants par rapport au poids total de la suspension aqueuse, et ne met pas en œuvre d'agents d'aide au broyage.
- 30 11 - Suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississant caractérisées en ce qu'elles présentent une teneur en poids sec de matières minérales supérieure ou égale à 15 %, et en ce qu'elles contiennent de 0,01 % à 5 % en poids sec d'épaississants par rapport au poids total de la suspension aqueuse, et de 0 à 5 % en

poids sec d'agents d'aide au broyage par rapport au poids total de la suspension aqueuse.

5 12 - Suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississant selon la revendication 11, caractérisées en ce qu'elles présentent une teneur en poids sec de matières minérales supérieure ou égale à 30 %, et en ce qu'elles contiennent de 0,5 % à 1,5 % en poids sec d'épaississants par rapport au poids total de la suspension aqueuse, et de 0 à 2 % en poids sec d'agents d'aide au broyage par rapport au poids total de la suspension aqueuse.

10

13 - Suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississants selon la revendication 12, caractérisées en ce qu'elles présentent une teneur en poids sec de matières minérales supérieure ou égale à 50 %, et en ce qu'elles contiennent de 0,5 % à 1,5 % en poids sec d'épaississant par rapport au poids total de la suspension aqueuse, et aucun agent d'aide au broyage.

15

14 - Suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississant selon l'une des revendications 11 à 13, et caractérisées en ce qu'elles présentent une granulométrie telle qu'au moins 50 % des particules de matières minérales ont un diamètre inférieur ou égal à 30 µm, c'est-à-dire un diamètre médian d_{50} inférieur ou égal à 30 µm.

20

15 - Suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississant selon la revendication 14, et caractérisées en ce qu'elles présentent une granulométrie telle qu'au moins 50 % des particules de matières minérales ont un diamètre inférieur ou égal à 15 µm, c'est-à-dire un diamètre médian d_{50} inférieur ou égal à 15 µm.

25

16 - Suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississant selon la revendication 15, et caractérisées en ce qu'elles présentent une granulométrie telle qu'au moins 50 % des particules de matières minérales ont un diamètre inférieur ou égal à 10 µm, c'est-à-dire un diamètre médian d_{50} inférieur ou égal à 10 µm.

30

17 - Suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississant

selon la revendication 16, et caractérisées en ce qu'elles présentent une granulométrie telle qu'au moins 50 % des particules de matières minérales ont un diamètre inférieur ou égal à 5 μm , c'est-à-dire un diamètre médian d_{50} inférieur ou égal à 5 μm .

5 18 - Suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississants selon l'une des revendications 11 à 17, caractérisées en ce que les matières minérales sont un pigment et/ou une charge minérale choisi parmi le carbonate de calcium synthétique ou naturel, les dolomies, le kaolin, le talc, le gypse, la chaux, la magnésie, le dioxyde de titane, le blanc satin, le trioxyde d'aluminium ou encore le trihydroxyde
10 d'aluminium, le mica, les oxydes de zinc et de fer, le sulfate de baryum et le mélange de ces charges entre elles, comme les mélanges talc-carbonate de calcium, carbonate de calcium-kaolin, ou encore les mélanges de carbonate de calcium avec le trihydroxyde d'aluminium ou le trioxyde d'aluminium, ou encore les mélanges avec des fibres synthétiques ou naturelles ou encore les co-structures des minéraux comme
15 les co-structures talc-carbonate de calcium ou talc-dioxyde de titane, ou leurs mélanges.

19 - Suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississants selon la revendication 18, caractérisées en ce que les matières minérales sont, du
20 carbonate de calcium synthétique ou naturel, du dioxyde de titane, ou leurs mélanges.

20 - Suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississants selon la revendication 19, caractérisées en ce que les matières minérales sont un carbonate de calcium synthétique ou un carbonate de calcium naturel choisi parmi le
25 marbre, la calcite, la craie ou leurs mélanges.

21 - Suspensions aqueuses selon l'une des revendications 11 à 20, caractérisées en ce que les épaississants sont choisis parmi les épaississants naturels, et en particulier choisis parmi les gommes naturelles, les CMC (Carboxyméthylcelluloses) et les HEC
30 (Hydroxyéthylcelluloses), ou choisis parmi les épaississants synthétiques, et en particulier choisis parmi les gommes synthétiques, les épaississants acryliques de type HASE (Emulsions modifiées hydrophobiquement et épaississantes en milieu alcalin ou Hydrophobically modified Alkali-swella-
ble Emulsions) ou ASE (Emulsions

épaississantes en milieu alcalin ou Alkali Soluble Emulsions), polyuréthanes, polyéthères, polyesters ou à base de PVP (polyvinylpyrrolidone).

- 5 22 - Suspensions aqueuses selon la revendication 21, caractérisées en ce que les épaississants sont choisis parmi les épaississants acryliques de type HASE (Emulsions modifiées hydrophobiquement et épaississantes en milieu alcalin ou Hydrophobically modified Alkali-swellaable Emulsions) et les épaississants polyuréthanes.
- 10 23 - Utilisation de suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississants selon l'une des revendications 11 à 22 dans des formulations aqueuses, telles que des formulations de revêtements telles que des peintures aqueuses, des crépis, des encres, des enduits, des mastics, des adhésifs, des colles, et des formulations aqueuses incorporant des matières minérales.
- 15 24 - Peintures aqueuses caractérisées en ce qu'elles contiennent les suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississants selon l'une des revendications 11 à 22.
- 20 25 - Crépis caractérisés en ce qu'ils contiennent les suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississants selon l'une des revendications 11 à 22.
- 25 26 - Encres caractérisées en ce qu'elles contiennent les suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississants selon l'une des revendications 11 à 22.
- 27 - Enduits caractérisés en ce qu'ils contiennent les suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississants selon l'une des revendications 11 à 22.
- 30 28 - Mastics caractérisés en ce qu'ils contiennent les suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississants selon l'une des revendications 11 à 22.
- 29 - Adhésifs caractérisés en ce qu'ils contiennent les suspensions aqueuses de matières minérales broyées en présence d'épaississants selon l'une des revendications

11 à 22.

30 - Colles caractérisées en ce qu'elles contiennent les suspensions aqueuses de
matières minérales broyées en présence d'épaississants selon l'une des revendications
5 11 à 22.

31 - Formulations aqueuses incorporant des matières minérales caractérisées en ce
qu'elles contiennent les suspensions aqueuses de matières minérales broyées en
présence d'épaississants selon l'une des revendications 11 à 22.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR2005/001716

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER B02C23/18 C09C3/04 C09D7/14 C09D1/00 C09J11/04		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C09D C09C		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 93/12184 A (ROHM AND HAAS COMPANY) 24 June 1993 (1993-06-24) the whole document	1-4, 7-20, 23-30
☐ Further documents are listed in the continuation of box C. ☒ Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (see specification) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to substantiate the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is considered with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "A" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 14 December 2005		Date of mailing of the international search report 27/12/2005
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.O. 8016 Patenthaus 2 NL - 8000 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-8040, Tx. 31 801 epo nl, Fax (+31-70) 340-8016		Authorized officer Miao, K

44

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR2005/001716

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9312184	A	24-06-1993	
		AU 670926 B2	08-08-1996
		AU 3133193 A	19-07-1993
		BR 9206868 A	21-11-1995
		CA 2124849 A1	24-06-1993
		CN 1073959 A	07-07-1993
		DE 69225602 D1	25-06-1998
		DE 69225602 T2	26-11-1998
		EP 0615535 A1	21-09-1994
		ES 2118839 T3	01-10-1998
		JP 3535156 B2	07-06-2004
		JP 7508047 T	07-09-1995
		MX 9206987 A1	01-08-1993
		NZ 245245 A	26-10-1995

46

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No
PCT/FR2005/001716

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE				
B02C23/18	C09C3/04	C09D7/14	C09D1/00	C09J11/04
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB				
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE				
Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C09D C09C				
Documentation consultée outre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche				
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal				
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS				
Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées		
X	WO 93/12184 A (ROHM AND HAAS COMPANY) 24 juin 1993 (1993-06-24) le document en entier _____	1-4, 7-20, 23-30		
☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ Les documents de famille de brevets sont indiqués en annexe				
* Catégories spéciales de documents cités: "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document ou relevant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "T" document antérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et s'appliquant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la façon constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée se peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée se peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "Z" document qui fait partie de la même famille de brevets				
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale		
14 décembre 2005		27/12/2005		
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 3576 Péttenberg 2 NL - 2220 HV Rijswijk Tél. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 681 epo nl, Fax (+31-70) 340-3078		Fonctionnaire autorisé Miao, K		

47

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Résumé des renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Document International No

PCT/FR2005/001716

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 9312184 A	24-06-1993	AU 670926 B2	08-08-1996
		AU 3133193 A	19-07-1993
		BR 9206868 A	21-11-1995
		CA 2124849 A1	24-06-1993
		CN 1073959 A	07-07-1993
		DE 69225602 D1	25-06-1998
		DE 69225602 T2	26-11-1998
		EP 0615535 A1	21-09-1994
		ES 2118839 T3	01-10-1998
		JP 3535156 B2	07-06-2004
		JP 7508047 T	07-09-1995
		MX 9206987 A1	01-08-1993
		NZ 245245 A	26-10-1995

**PROCESO DE MOLIENDA DE MATERIAS MINERALES EN PRESENCIA DE
ESPESANTES, SUSPENSIONES ACUOSAS OBTENIDAS Y SUS
UTILIZACIONES**

5

La presenta invención concierne al ámbito de las suspensiones acuosas de materias minerales molidas y sus utilizaciones en formulaciones acuosas.

10

En primer lugar, la invención hace referencia a un proceso de molienda de materias minerales en el agua, en presencia de espesantes.

La invención también concierne a las suspensiones estables de materias minerales molidas en el agua y obtenidas mediante el proceso según la invención.

15

La invención también concierne al uso de dichas suspensiones en formulaciones acuosas, en particular formulaciones de revestimientos tales como en particular pinturas acuosas, enfoscados, tintas, enlucidos, masillas, adhesivos, pegamentos, y otras formulaciones acuosas que incorporan materias minerales.

20

Por último, la invención está relacionada con las formulaciones acuosas obtenidas según la invención.

25

A fin de adaptar la reología de su producto a condiciones de uso tan diversas como la naturaleza de la superficie a recubrir, los medios de aplicación, la cantidad de producto a depositar e, independientemente, para conferir una buena estabilidad a este producto, el profesional dispone hoy en día de una gama muy amplia de aditivos comúnmente denominados "espesantes". Estos espesantes desarrollan con los demás componentes presentes en las formulaciones de pintura interacciones complejas, que han sido objeto de numerosos trabajos desde hace más de medio siglo: el objetivo de estas

30

investigaciones es comprender mejor el mecanismo de funcionamiento de estos aditivos reológicos, con el fin de suministrar al profesional herramientas y reglas adaptadas para elegir el espesante adecuado, en función de la reología deseada y otros componentes presentes en la formulación de pintura.

- A lo largo de estos trabajos, se ha enfocado particularmente las interacciones que pueden desarrollar los espesantes con suspensiones acuosas de cargas minerales estabilizadas mediante dispersantes. Este interés se justifica por el hecho de que la carga mineral, como el dióxido de titanio o el carbonato de calcio, que era anteriormente
- 5 añadida en forma de polvo seco, lo es a partir de ahora en forma de suspensiones acuosas: en efecto, más fáciles de utilizar, éstas eliminan los problemas relacionados con el uso de materiales pulverulentos, y facilitan las operaciones de manipulación de las cargas mediante simple bombeo de dichas suspensiones.
- 10 Las interacciones entre espesantes y dispersantes contenidos en suspensiones acuosas de materias minerales están descritas en el documento "Rheology of associative thickener pigment and pigmented commercial latex dispersions" (Progress in Organic Coatings, 17, (1989), pp. 155-173) que contempla el caso de una suspensión acuosa de
- 15 dióxido de titanio, dispersada por ácido polimetacrílico y puesta en presencia de diferentes agentes espesantes. Aparece entonces que para una concentración creciente en dispersante, algunos espesantes del tipo HEUR (Uretanos etoxilados y modificados hidrofobicamente o Hydrophobe-modified Ethoxylated Urethane) conducen a una desestabilización del dióxido de titanio, mientras que la estabilidad de la suspensión es mantenida en presencia de espesantes celulósicos.
- 20 Además, estos trabajos también han demostrado que las interacciones entre dispersantes y espesantes pueden influir sobre las propiedades finales de la película de pintura tales como el brillo. Por ello, "Pigment stabilization through mixed associative thickener interactions" (Journal of Coatings Technology, 64, 807, (1992), pp. 53-61) muestra que
- 25 el uso de un espesante de tipo HEUR (Uretanos etoxilados y modificados hidrofobicamente o Hydrophobe-modified Ethoxylated Urethane) en combinación con un dispersante que es un copolímero del ácido maléico y de diisobutileno, conduce a un aumento del brillo en el caso de pinturas latex. En cambio, "Interactions between
- 30 rheology-modifying and pigment-dispersing agents" (Farbe + Lack, 100, 9, (1994), pp. 759-764) demuestra que formulaciones de pintura que contienen espesantes de tipo HEUR (Uretanos etoxilados y modificados hidrofobicamente o Hydrophobe-modified Ethoxylated Urethane) y dispersantes de carácter fuertemente iónico pueden reducir el brillo del producto final. Los autores de estos trabajos discuten las combinaciones

50

posibles entre diferentes dispersantes y espesantes del tipo HEUR (Uretanos etoxilados y modificados hidrofobicamente o Hydrophobe-modified Ethoxylated Urethane) y HASE (Emulsiones modificadas hidrofobicamente y espesantes en medio alcalino o hydrophobicali modified Alkali-swellable Emulsions).

5

En resumen, la enseñanza general de estos documentos para el profesional es que las interacciones entre dispersantes y espesantes son complejas, y gobiernan a la vez la estabilidad de la pintura formulada, y las propiedades de la película de pintura final. Esta situación es resumida por el documento "Adsorption studies of associative interactions between thickener and pigment particles" (Progress in organic coatings, 30, (1997), pp. 161-171): se recomienda vigorosamente que el profesional seleccione detenidamente nuevas combinaciones dispersantes-espesantes para valorizar su potencial (p 167 introducción), en términos de estabilidad de la pintura así fabricada y de propiedades finales de la película de pintura.

15

Además, siguiendo utilizando cargas minerales en forma de suspensiones acuosas, el profesional ha buacado desarrollar productos intermedios que consisten en simples mezclas de diferentes componentes de la pintura, resumiéndose luego la formulación de dicha pintura en el ensamblaje de los diferentes componentes, mediante simple mezcla. Por ello, es conocido fabricar suspensiones acuosas de materias minerales que contengan agua, una carga mineral, así como un agente espesante. Estas suspensiones están destinadas a ser mezcladas posteriormente con los demás componentes habituales de una pintura para obtener el producto final deseado.

25

El profesional conoce el documento US 2002 050228 que describe la preparación de una suspensión acuosa que contiene carbonato de calcio así como un pigmento tal como el dióxido de titanio. Dicha composición también puede contener un agente espesante, y servir para la formulación de tintas y de pinturas acuosas.

30

También conoce el documento US 6 074 474 que describe una suspensión acuosa que contiene partículas minerales que presenta un reparto granulométrico particular, y que puede ser carbonato de calcio. Además, dicha suspensión puede contener un agente espesante y servir posteriormente para la formulación de pinturas acuosas.

Por lo que al continuar sus investigaciones con el fin de realizar suspensiones estables de materias minerales en presencia de agentes espesantes, eliminando a la vez el uso de agentes dispersantes que pueden conducir a efectos nefastos a nivel de la reología del producto final (por interacción con los espesantes), la Solicitante ha descubierto de manera sorprendente un nuevo proceso de fabricación de una suspensión acuosa de cargas minerales, caracterizado en que dichas cargas minerales son molidas en el agua en presencia de agentes espesantes. El producto así obtenido presenta una estabilidad muy compatible con su uso en formulaciones acuosas.

10

A este nivel, la Solicitante desea subrayar que la presenta invención se distingue del arte anterior mencionado anteriormente por el hecho de que dicho arte anterior no revela ni muestra el proceso de molienda que conduce a la disminución del tamaño de las partículas minerales.

15

Además, la suspensión así fabricada responde al deseo del profesional, en el sentido de que ésta le proporciona un producto que contiene ya una parte del espesante utilizado en la pintura. Por otra parte, y de manera muy sorprendente, dichos espesantes no son degradados durante el proceso de molienda, y cumplen precisamente a este nivel de la fabricación la función de agentes de ayuda a la molienda, lo que permite la disminución del consumo de agentes de ayuda a la molienda: la Solicitante ha observado en efecto una reducción notable del tamaño de las partículas de materia mineral. Ahora bien, es bien conocido que la posibilidad de elegir el tamaño de las partículas minerales, en el marco de la formulación de una pintura, es muy importante para el profesional. En efecto, el tamaño de las partículas influye mucho sobre las propiedades mecánicas y ópticas de la película final, tal y como se ha indicado en "Particle-size distribution of fillers and their importance in the preparation of paints" (Deutsche Farben-Zeitschrift, 20 (12), 1966, pág. 565-567). Por otra parte, el proceso según la invención permite el uso de una gama muy amplia de espesantes para pinturas, disponibles comercialmente.

30

El proceso según la invención también permite obtener suspensiones acuosas de materias minerales, que durante sus utilizaciones en las formulaciones de pintura, permiten conseguir formulaciones de pintura que poseen un comportamiento reológico

mejorado con respecto a las del arte anterior, en particular en que presentan viscosidades ICI y Stormer aumentadas.

5 Este comportamiento reológico mejorado también presenta la ventaja de conseguir una mayor calidad de aplicación de la pintura.

Por último, las propiedades del espesante son conservadas, ya que las propiedades ópticas de la película de pintura realizada según la invención no son degradadas, ni las propiedades de compatibilidad pigmentaria de las pinturas así formuladas.

10

La invención permite por tanto obtener formulaciones acuosas de pintura estables en el tiempo, sin utilizar agentes dispersantes. Además, la invención permite obtener un producto intermedio en forma de una suspensión acuosa de materias minerales y de espesantes, que también desempeñan el papel de agentes de ayuda a la molienda. A este
15 respecto, durante este proceso, se puede continuar utilizando agentes de ayuda a la molienda "clásicos". Por último, la suspensión acuosa así obtenida mediante la molienda de materias minerales en el agua en presencia de espesantes presenta una estabilidad muy compatible con su uso en la formulación de pinturas acuosas.

20

El objeto de la invención es por tanto un proceso de molienda de materias minerales en el agua, en presencia de espesantes.

Otro objeto de la invención radica en las suspensiones estables de materias minerales molidas en el agua y obtenidas según dicho proceso.

25

Otro objeto de la invención es el uso de dichas suspensiones en formulaciones acuosas, en particular formulaciones de revestimientos tales como en particular pinturas acuosas, enfoscados, tintas, enlucidos, masillas, adhesivos, pegamentos, y otras formulaciones acuosas que incorporan materias minerales.

30

Un último objeto de la invención radica en las formulaciones acuosas obtenidas según la invención.

El proceso según la invención permite por tanto obtener suspensiones acuosas de materias minerales, sin utilizar agentes dispersantes, y que presentan una reología compatible con su uso en formulaciones acuosas.

5 Además, el proceso según la invención también permite obtener suspensiones acuosas de materias minerales que, durante sus utilizaciones en las formulaciones de pintura, permiten conseguir formulaciones de pintura que poseen un comportamiento reológico mejorado con respecto a las del arte anterior, en particular presentando viscosidades ICI y Stormer aumentadas.

10

Este proceso también permite fabricar productos que responden a las expectativas del profesional: contienen agua, una o varias cargas minerales, y al menos un espesante.

15

También permite ajustar la finura de las materias minerales utilizadas moliéndolas en presencia de espesantes: éstos cumplen la función de agentes de ayuda a la molienda.

Por otra parte, los espesantes no son degradados durante el proceso de molienda, y las propiedades ópticas de la película de pintura no son alteradas, ni las propiedades de compatibilidad pigmentaria de las pinturas así formuladas.

20

Por último, las suspensiones acuosas de materias minerales así molidas y estables en el tiempo, sirven para la formulación de pinturas acuosas que presentan una muy buena estabilidad, y un comportamiento reológico mejorado.

25

Se alcanzan estos objetivos gracias a un nuevo proceso de fabricación de una suspensión estable de materias minerales en el agua, caracterizado en que dichas materias minerales son molidas en presencia de espesantes.

30

La Solicitante desea precisar que la operación de molienda de la sustancia mineral a afinar consiste en moler la sustancia mineral con un cuerpo molidor en partículas muy finas en un medio acuoso que contiene los espesantes.

De este modo, se añaden a la suspensión acuosa de la sustancia mineral a moler, los espesantes y el cuerpo molidor de granulometría ventajosamente incluida entre 0,20 y 4 milímetros. El cuerpo molidor se presenta en general en forma de partículas de materiales tan diversos como el óxido de silicio, el óxido de aluminio, el óxido de zirconio o de sus mezclas, así como las resinas sintéticas de gran dureza, los aceros, u otros. Un ejemplo de composición de dichos cuerpos molidores es proporcionado por la patente FR 2 203 681 que describe elementos molidores formados de 30 % a 70 % en peso de óxido de zirconio, 0,1 % a 5 % de óxido de aluminio y de 5 a 20 % de óxido de silicio.

10

El cuerpo molidor es preferentemente añadido a la suspensión en una cantidad tal como la relación en peso entre este material de molienda y la sustancia mineral a moler sea de al menos 2/1, siendo preferentemente incluida esta relación entre los límites 3/1 y 5/1.

15

La mezcla de la suspensión y del cuerpo molidor es entonces sometida a la acción mecánica de agitación, como la que se produce en un molino clásico de microelementos.

20

El tiempo necesario para conseguir a la finura deseada de la sustancia mineral después de la molienda será definido por el fabricante de suspensiones de materias minerales según la naturaleza y la cantidad de las sustancias minerales a moler, y según el modo de agitación utilizado y la temperatura del medio durante la operación de molienda.

25

Otra variante del proceso se caracteriza en que dicho proceso utiliza al menos un agente de ayuda a la molienda. Dicho agente será elegido por el fabricante de suspensiones de materias minerales entre todos los agentes de ayuda a la molienda bien conocidos, y sus mezclas.

30

El proceso según la invención se caracteriza en que las materias minerales son un pigmento y/o una carga mineral elegida entre el carbonato de calcio sintético o natural, las dolomías, el caolín, el talco, el yeso, la cal, la magnesia, el dióxido de titanio, el blanco satén, el trióxido de aluminio o incluso el trihidróxido de aluminio, la mica, los óxidos de cinc y de hierro, el sulfato de bario y la mezcla de estas cargas entre ellas, como las mezclas talco-carbonato de calcio, carbonato de calcio caolín, o incluso las

mezclas de carbonato de calcio con el trihidróxido de aluminio o el trióxido de aluminio, o incluso las mezclas con fibras sintéticas o naturales o incluso las coestructuras de los minerales como las coestructuras talco-carbonato de calcio o talco-dióxido de titanio, o sus mezclas.

5

De manera preferente, las materias minerales son carbonato de calcio sintético o natural, dióxido de titanio, o sus mezclas.

10

De manera más preferente, las materias minerales son un carbonato de calcio sintético o un carbonato de calcio natural elegido entre el mármol, la calcita, la creta o sus mezclas.

15

El proceso según la invención también se caracteriza en que los espesantes son elegidos entre los espesantes naturales, como las gomas naturales, los CMC (Carboximetilcelulosas) y los HEC (Hidroxietilcelulosas) o los espesantes sintéticos, como las gomas sintéticas, los espesantes acrílicos de tipo HASE (Emulsiones modificadas hidrofobicamente y espesantes en medio alcalino o Hydrophobically modified Alkali-swellaable Emulsions) o ASE (Emulsiones espesantes en medio alcalino o Alkali Soluble Emulsions), poliuretano, poliéteres, poliésteres o, a base de PVP (polivinilpirrolidona).

20

De manera preferente, los espesantes son elegidos entre los espesantes acrílicos de tipo HASE (Emulsiones modificadas hidrofobicamente y espesantes en medio alcalino o hydrophobically modified Alkali-swellaable Emulsions) y los espesantes poliuretano.

25

El proceso según la invención también se caracteriza en que se utiliza al menos 15 % en peso seco de materias minerales con respecto al peso total de la suspensión acuosa, de 0,01 % a 5 % en peso seco de agentes espesantes con respecto al peso total de la suspensión acuosa, y de 0 a 5 % en peso seco de agentes de ayuda a la molienda con respecto al peso total de la suspensión acuosa.

30

De manera preferente, dicho proceso se caracteriza en que se utiliza al menos 30 % en peso seco de materias minerales con respecto al peso total de la suspensión acuosa, de 0,5 % a 1,5 % en peso seco de agentes espesantes con respecto al peso total de la

suspensión acuosa, y de 0 a 2 % en peso seco de agentes de ayuda a la molienda con respecto al peso total de la suspensión acuosa.

De manera aún más preferente, dicho proceso se caracteriza en que se utiliza al menos
5 50 % en peso seco de materias minerales con respecto al peso total de la suspensión acuosa, de 0,5 % a 1,5 % en peso seco de agentes espesantes con respecto al peso total de la suspensión acuosa, y ningún agente de ayuda a la molienda.

Otro objeto de la invención radica en las suspensiones acuosas de materias minerales
10 molidas en presencia de agentes espesantes obtenidas por el proceso según la invención, y caracterizadas en que contienen al menos 15 % en peso seco de materias minerales con respecto al peso total de la suspensión acuosa, de 0,01 % a 5 % en peso seco de agentes espesantes con respecto al peso total de la suspensión acuosa, y de 0 a 5 % en peso seco de agentes de ayuda a la molienda con respecto al peso total de la suspensión
15 acuosa.

De manera preferente, dichas suspensiones de materias minerales se caracterizan en que éstas contienen al menos 30 % en peso seco de materias minerales con respecto al peso total de la suspensión acuosa, de 0,5 % a 1,5 % en peso seco de agentes espesantes con
20 respecto al peso total de la suspensión acuosa, y de 0 a 2 % en peso seco de agentes de ayuda a la molienda con respecto al peso total de la suspensión acuosa.

De manera aún más preferente, dichas suspensiones de materias minerales se caracterizan en que éstas contienen al menos 50 % en peso seco de materias minerales
25 con respecto al peso total de la suspensión acuosa, de 0,5 % a 1,5 % en peso seco de agentes espesantes con respecto al peso total de la suspensión acuosa, y ningún agente de ayuda a la molienda.

Las suspensiones acuosas de materias minerales obtenidas por el proceso según la
30 invención también se caracterizan en que éstas presentan una granulometría tal como al menos el 50 % de las partículas de materias minerales tienen un diámetro inferior o igual a 30 μm , es decir un diámetro mediano d_{50} inferior o igual a 30 μm .

En toda la presente solicitud, se determina la granulometría de las suspensiones mediante un granulómetro Mastersizer™ 2000 de la sociedad MALVERN™.

5 De manera preferente, las suspensiones acuosas de materias minerales obtenidas por el proceso según la invención también se caracterizan en que éstas presentan una granulometría tal como al menos el 50 % de las partículas de materias minerales tienen un diámetro inferior o igual a 15 μm .

10 De manera aún más preferente, las suspensiones acuosas de materias minerales obtenidas por el proceso según la invención también se caracterizan en que éstas presentan una granulometría tal como al menos el 50 % de las partículas de materias minerales tienen un diámetro inferior o igual a 10 μm .

15 Por último, de manera extremadamente preferente, las suspensiones acuosas de materias minerales obtenidas por el proceso según la invención también se caracterizan en que éstas presentan una granulometría tal como al menos el 50 % de las partículas de materias minerales tienen un diámetro inferior o igual a 5 μm .

20 Dichas suspensiones acuosas también se caracterizan en que las materias minerales son un pigmento y/o una carga mineral elegida entre el carbonato de calcio sintético o natural, las dolomías, el caolín, el talco, el yeso, la cal, la magnesia, el dióxido de titanio, el blanco satén, el trióxido de aluminio o incluso el trihidróxido de aluminio, la mica, los óxidos de cinc y de hierro, el sulfato de bario y la mezcla de estas cargas entre ellas, como las mezclas talco-carbonato de calcio, carbonato de calcio-caolín, o incluso
25 las mezclas de carbonato de calcio con el trihidróxido de aluminio o el trióxido de aluminio, o incluso las mezclas con fibras sintéticas o naturales o incluso las coestructuras de los minerales como las coestructuras talco-carbonato de calcio o talco-dióxido de titanio, o sus mezclas.

30 De manera preferente, las materias minerales son carbonato de calcio sintético o natural, dióxido de titanio, o sus mezclas.

De manera más preferente, las materias minerales son un carbonato de calcio sintético o un carbonato de calcio natural elegido entre el mármol, la calcita, la creta o sus mezclas.

5 Las suspensiones acuosas de materias minerales según la invención también se caracterizan en que los espesantes son elegidos entre los espesantes naturales, como las gomas naturales, los CMC (Carboximetilcelulosas) y los HEC (Hidroxietilcelulosas) o los espesantes sintéticos, como las gomas sintéticas, los espesantes acrílicos de tipo HASE (Emulsiones modificadas hidrofobicamente y espesantes en medio alcalino o hydrophobicali modified Alkali-swella-
10 bable Emulsions) o ASE (Emulsiones espesantes en medio alcalino o Alkali Soluble Emulsions), poliuretanos, poliéteres, poliésteres o, a base de PVP (polivinilpirrolidona).

De manera preferente, las suspensiones acuosas de materias minerales según la invención también se caracterizan en que los espesantes son elegidos entre los
15 espesantes acrílicos de tipo HASE (Emulsiones modificadas hidrofobicamente y espesantes en medio alcalino o hydrophobicali modified Alkali-swella- bable Emulsions) y los espesantes poliuretanos.

Otro objeto de la invención es el uso de dichas suspensiones en formulaciones acuosas,
20 en particular formulaciones de revestimientos tales como en particular pinturas acuosas, enfoscados, tintas, enlucidos, masillas, adhesivos, pegamentos, y otras formulaciones acuosas que incorporan materias minerales.

Un último objeto de la invención radica en las formulaciones acuosas obtenidas según la
25 invención.

Así, las pinturas acuosas, los enfoscados, las tintas, los enlucidos, las masillas, los
adhesivos, las formulaciones acuosas que incorporan materias minerales y los
pegamentos según la invención se caracterizan en que contienen las suspensiones
30 acuosas minerales según la invención molidas en presencia de espesantes.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención pero sin limitar su alcance.

Ejemplo 1

Este ejemplo hace referencia a la fabricación de suspensiones acuosas de materias minerales a través de un proceso de molienda según la invención, en presencia de un espesante (ensayos nº1 a 5), y en presencia de un espesante y de un agente de ayuda a la molienda clásico (ensayo nº6). También concierne a las suspensiones de materias minerales así obtenidas, a partir del proceso de molienda según la invención.

En los ensayos nº1 a 6, se utiliza un carbonato de calcio que es mármol procedente de Avenza (Italia), y que presenta un diámetro mediano inicial denominado d_{50} igual a 10 μm (el 50 % de las partículas de carbonato de calcio poseen un diámetro inferior o igual a 10 μm). Es comercializado por la sociedad OMYA™ con el nombre Omyacarb™ 10 AV.

- Se utiliza un molino del tipo Dyno-Mill™ de cilindro fijo e impulsor giratorio, cuyo cuerpo moledor está constituido por bolas a base de zirconio de diámetro incluido en el intervalo de 0,6 milímetro a 1 milímetro.
- El volumen total ocupado por el cuerpo moledor es de 1.000 centímetros cúbicos mientras que su masa es de 2.700 g.
- La cámara de molienda tiene un volumen de 1.400 centímetros cúbicos.
- La velocidad circunferencial del molino es de 10 metros por segundo.
- La suspensión de pigmento está reciclada a razón de 40 litros por hora.
- La salida del Dyno-Mill™ está equipada con un separador de mallas de 200 micrones que permite separar la suspensión resultante de la molienda y el cuerpo moledor.
- La temperatura durante cada ensayo de molienda es mantenida a aproximadamente 30°C.

Se empieza por mezclar en el agua el polvo seco de carbonato de calcio con el espesante, siendo luego la mezcla molida mediante el dispositivo anteriormente descrito. El tiempo de molienda es adaptado a la granulometría deseada.

5 A continuación, se determina la granulometría de las suspensiones de la forma siguiente.

Después de la molienda, se recupera en un frasco una muestra de la suspensión pigmentaria cuya granulometría es medida mediante un granulómetro Mastersizer™ 2000 comercializado por la sociedad MALVERN™. Se determina entonces el diámetro mediano d_{50} de las partículas de carbonato de calcio así afinadas.

10

La viscosidad Brookfield™ de las suspensiones está determinada de la forma siguiente. Se mide la viscosidad Brookfield™ de la suspensión mediante un viscosímetro Brookfield™ tipo RVT, en el frasco no agitado, a una temperatura de 25°C y a dos velocidades de rotación de 10 y 100 revoluciones por minuto con el móvil adecuado. La lectura es efectuada después de 1 minuto de rotación. Se obtienen así 2 mediciones de viscosidad Brookfield™ respectivamente denominadas μ_{10} y μ_{100} .

15

Después de un minuto de agitación del frasco mantenido en reposo durante 8 días, se mide la viscosidad Brookfield™ de la suspensión según el mismo método.

20

Ensayo n°1

Este ensayo ilustra la invención y utiliza el 0,64 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un espesante acrílico comercializado por la sociedad COATEX™ con el nombre Rheo 2000™. También utiliza el 64,6 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión del carbonato de calcio de Avenza, y el resto de agua.

25

Ensayo n°2

Este ensayo ilustra la invención y utiliza el 0,60 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un espesante acrílico comercializado por la sociedad COATEX™ con el nombre Rheo 2000™. También utiliza el 60,0 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión del carbonato de calcio de Avenza, y el resto de agua.

30

61

Ensayo n°3

Este ensayo ilustra la invención y utiliza el 0,37 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un espesante que es un éter celulósico comercializado por la sociedad AQUALON™ con el nombre Natroso™ 250 HHR. También utiliza el 52,6 % en peso seco del carbonato de calcio de Avenza con respecto al peso total de la suspensión, y el resto de agua.

Ensayo n°4

Este ensayo ilustra la invención y utiliza el 0,61 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un espesante poliuretano de tipo HEUR comercializado por la sociedad COATEX™ con el nombre COAPUR™ 3025. También utiliza el 61,0 % en peso seco del carbonato de calcio de Avenza con respecto al peso total de la suspensión, y el resto de agua.

Ensayo n°5

Este ensayo ilustra la invención y utiliza el 0,51 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un espesante poliuretano de tipo HEUR comercializado por la sociedad COATEX™ con el nombre COAPUR™ 3025. También utiliza el 51,5 % en peso seco del carbonato de calcio de Avenza con respecto al peso total de la suspensión, y el resto de agua.

Ensayo n°6

Este ensayo ilustra la invención y utiliza el 0,50 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un espesante acrílico comercializado por la sociedad COATEX™ con el nombre Rheo 2000™. También utiliza el 56,7 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión del carbonato de calcio de Avenza. También utiliza el 0,3 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un agente de ayuda a la molienda que es un poliacrilato de sodio, y el resto de agua.

Las características de las suspensiones obtenidas a partir de los ensayos n°1 a n°6 están reunidas en el cuadro 1.

Ensayo n°	Invención					
	1	2	3	4	5	6

62

CaCO ₃ (% en peso seco)		64,6	60,0	52,6	61,0	51,5	56,7
Espesante (% en peso seco)		0,64	0,60	0,37	0,61	0,51	0,50
Agente de ayuda a la molienda (% en peso seco)		0	0	0	0	0	0,30
d ₅₀ (μm)		4,9	2,0	4,7	5,2	2,3	5,3
Viscosidad a T=0	μ ₁₀ (mPa.s)	2550	4740	4540	4720	8800	3360
	μ ₁₀₀ (mPa.s)	1580	1550	1240	960	1420	2210
Viscosidad a T=8 días	μ ₁₀ (mPa.s)	1720	3880	4720	6650	8250	1400
	μ ₁₀₀ (mPa.s)	930	1090	1470	1195	2250	910

Cuadro 1: características de las suspensiones acuosas de carbonato de calcio molido según la invención.

Los porcentajes en peso seco se indican con respecto al peso total de la suspensión.

5

d₅₀ designa el diámetro mediano de las partículas de carbonato de calcio después de la molienda (el 50 % de las partículas tienen un diámetro inferior a este valor).

T = 0 designa el instante inicial en el cual son medidas las viscosidades Brookfield™ a 10 y 100 vueltas por minuto, denominadas respectivamente μ₁₀ y μ₁₀₀.

T = 8 días designa el instante t=8 días, en el cual son medidas después de agitación las viscosidades Brookfield™ a 10 y 100 vueltas por minuto, denominadas respectivamente μ₁₀ y μ₁₀₀.

15

Los diámetros medianos correspondiente a los ensayos n°1 a n°6 demuestran que, para el proceso según la invención, los espesantes utilizados se comportan realmente como agentes de ayuda a la molienda, en el sentido de que se observa una disminución notable del tamaño de las partículas de carbonato de calcio.

20

Por último, se constata que cada suspensión obtenida según la invención es estable en el tiempo.

Ejemplo 2

25

Este ejemplo hace referencia a la fabricación de pinturas acuosas, a partir de suspensiones acuosas de carbonato de calcio molido en presencia de agentes espesantes

según la invención, o a partir de polvos secos de carbonato de calcio según el arte anterior.

5 Las pinturas están formuladas mediante la mezcla de los diferentes componentes, según procesos bien conocidos por el profesional. La Solicitante indica que, en los ensayos siguientes, ésta sólo ha indicado la naturaleza de los carbonatos y de los espesantes utilizados. Las pinturas contienen por supuesto un gran número de otros aditivos. La lista completa de los componentes de cada pintura, así como sus proporciones, figuran en los cuadros recapitulativos.

10 Para cada pintura formulada, se determina su viscosidad ICI™, Stormer™ y Brookfield™, según los métodos siguientes.

La viscosidad ICI™ es determinada con un viscosímetro cono-plano, denominado viscosímetro ICI™, comercializado por la sociedad ERICHSEN™, según el método perfectamente conocido por el profesional. La medición se realiza a 25°C y es
15 denominada μ^I (P).

La viscosidad Stormer™ es determinada con un viscosímetro Stormer™ de tipo KU-1 comercializado por la sociedad Brookfield™, equipado con un sistema de mediciones único. La medición se realiza a 25°C y es denominada μ^S (K.U).

20 La viscosidad Brookfield™ de las pinturas es determinada a 25°C de la misma manera que la indicada para el ejemplo 1 en el caso de las suspensiones de materias minerales. Es denominada μ^B_{10} (mPa.s) y μ^B_{100} (mPa.s) según si está determinada a 10 y a 100 vueltas por minuto.

25 Ensayo n°7

Este ensayo corresponde a la formulación de una pintura mate, según el arte anterior, en la cual el carbonato es introducido únicamente en forma de polvo seco.

Se trata aquí de una mezcla de 2 carbonatos de calcio que es mármol procedente de Avenza (Italia), uno con un diámetro mediano de 5 μm (el 50 % de las partículas tienen
30 un diámetro inferior a 5 μm) y el otro con un diámetro mediano de 2 μm . Son comercializados por la sociedad OMYA™ con los nombres respectivos de Omyacarb™ 5-AV y Omyacarb™ 2-AV. El espesante utilizado es un espesante acrílico comercializado por la sociedad COATEX™ con el nombre Rheo 2000™.

Ensayo n°8

Este ensayo corresponde a la formulación de una pintura mate, según la invención.

Una parte del carbonato de calcio es introducida en forma de polvo seco: se trata de un
5 carbonato de calcio que es mármol procedente de Avenza (Italia), con un diámetro
mediano de 5 μm . Es comercializado por la sociedad OMYA™ con el nombre de
Omyacarb™ 5-AV.

La otra parte es introducida en forma de suspensión acuosa según la invención y
10 descrita en el ensayo n°1.

Ensayo n°9

Este ensayo corresponde a la formulación de una pintura mate, según la invención.

Una parte del carbonato de calcio es introducida en forma de polvo seco: se trata de un
15 carbonato de calcio que es mármol procedente de Avenza (Italia), con un diámetro
mediano de 2 μm . Es comercializado por la sociedad OMYA™ con el nombre de
Omyacarb™ 2-AV.

La otra parte es introducida en forma de suspensión acuosa según la invención y
20 descrita en el ensayo n°2.

Ensayo n°10

Este ensayo corresponde a la formulación de una pintura mate, según la invención.

Una parte del carbonato de calcio es introducida en forma de polvo seco: se trata de
25 una mezcla de 2 carbonatos de calcio que es mármol procedente de Avenza (Italia), uno
con un diámetro mediano de 5 μm (el 50 % de las partículas tienen un diámetro inferior
a 5 μm) y el otro con un diámetro mediano de 2 μm . Son comercializados por la
sociedad OMYA™ con los nombres respectivos de Omyacarb™ 5-AV y Omyacarb™
2-AV.

30

La otra parte es introducida en forma de 2 suspensiones acuosas según la invención y
descritas en los ensayos n°1 y n°2.

La lista de los componentes así como su proporciones en peso están indicadas en el cuadro 2, para las pinturas correspondientes a los ensayos nº7 a nº10.

5 Para las pinturas correspondientes a estos 4 ensayos, el profesional ha trabajado a masa constante de cada componente, por lo que la masa de carbonato de calcio es idéntica para estos ensayos e igual a 500 g, la masa de agente espesante es idéntica e igual a 20 g.

Componentes	Ensayo nº7 (Arte Anterior)	Ensayo nº8 (Invencción)	Ensayo nº9 (Invencción)	Ensayo nº10 (Invencción)
Suspensión de carbonato molido según el ensayo nº1	0	466,1	0	233,1
Suspensión de carbonato molido según el ensayo nº2	0	0	333,3	166,7
Omyacarb™ 5-AV	300,0	0	300,0	150,0
Omyacarb™ 2-AV	200,0	200,0	0	150,0
Tiona™ RL 68	80,0	80,0	80,0	80,0
Agua (añadida)	209,3	54,5	83,4	68,6
Rheo 2000™	20,0	10,0	13,3	11,7
Coatex™ P90	4,0	4,0	4,0	4,0
Mergal™ K6N	2,0	2,0	2,0	2,0
Nopco™ NDW	2,0	2,0	2,0	2,0
Butildiglicol	10,0	10,0	10,0	10,0
White Spirit	10,0	10,0	10,0	10,0
Amoníaco	2,7	1,4	2,0	1,7
Acronal™ 290 D	160,0	160,0	160,0	160,0
Total	1000,0	1000,0	1000,0	1000,0

10

Cuadro 2: composición de las pinturas formuladas según los ensayos 7 a 10.

15 Las cifras designan masas en peso.

Tiona™ RL 68 designa dióxido de titanio comercializado por la sociedad MILLENNIUM™

20 Coatex™ P90 es un dispersante poliacrílico comercializado por la sociedad COATEX™

66

Mergal™ K6N es un bactericida comercializado por la sociedad TROY™.

Nopco™ NDW es un agente antiespumante comercializado por la sociedad COGNIST™.

5

Acronal™ 290 D es un ligante acrílico comercializado por la sociedad BASF™.

Los valores de las viscosidades ICI™, Stormer™ y Brookfield™, medidas en diferentes instantes, para las pinturas formuladas durante los ensayos 7 a 10 están indicados en el cuadro 2 bis.

10

Viscosidades		Ensayo nº7 (Arte Anterior)	Ensayo nº8 (Invención)	Ensayo nº9 (Invención)	Ensayo nº10 (Invención)
T = 0	μ^I (Po)	2,2	2,4	2,2	2,4
	μ^S (K.U)	87	91	90	95
	μ^B_{10} (mPa.s)	4400	4400	4300	4600
	μ^B_{100} (mPa.s)	1590	1890	1850	1900
T = 24 horas	μ^I (Po)	2,3	2,5	2,4	2,4
	μ^S (K.U)	89	95	94	95
	μ^B_{10} (mPa.s)	4500	4800	4700	4800
	μ^B_{100} (mPa.s)	1630	2010	1950	2010
T = 7 días	μ^B_{10} (mPa.s)	4600	5200	5300	4800
	μ^B_{100} (mPa.s)	1670	2080	2120	1920

Cuadro 2 bis: viscosidades medidas con las pinturas formuladas según los ensayos nº7 a nº10.

15

- μ^I (Po): viscosidad ICI™
- μ^S (K.U): viscosidad Stormer™
- μ^B_{10} (mPa.s): viscosidad Brookfield™ determinada a 10 vueltas por minuto
- μ^B_{100} (mPa.s): viscosidad Brookfield™ determinada a 100 vueltas por minuto

20

Los resultados del cuadro 2 bis demuestran que las pinturas formuladas según la invención poseen un comportamiento reológico mejorado con respecto al arte anterior: se observa un aumento de las viscosidades ICI™ y Stormer™. Esta mejora conduce a una mayor calidad de aplicación de las pinturas.

25

Por otra parte, las viscosidades Brookfield™ observadas para las pinturas según la invención demuestran que estas formulaciones son estables en el tiempo.

- 5 Por otra parte, un número determinado de propiedades ópticas fueron determinadas para las pinturas formuladas según los ensayos nº7 a nº10.

El poder cubriente húmedo PC de las pinturas formuladas según los ensayos nº7 a nº10 ha sido comparado visualmente sobre cartones de contrastes, inmediatamente después de la aplicación mediante un tirafilme manual estándar de un espesor de 150 µm de dichas pinturas.

Los ensayos nº8 a nº10 según la invención, demuestran un poder cubriente idéntico al obtenido para el ensayo nº7 tomado como referencia.

- 15 Las coordenadas cromáticas L y b que aparecen en el cuadro 3 pertenecen al espacio cromático (L, a, b, Hunter) y se determinan sobre una película seca de la pintura a probar, previamente aplicada mediante un tirafilme manual estándar en un espesor de 150 µm sobre una placa de vidrio, luego secada a 23°C durante 24 horas en un recinto climático con un grado de humedad del 50 %.

El valor de la relación de contraste $RC (\%) = Y_n / Y_b$ es medido con un espectrocolorímetro Spectro-Pen™ comercializado por la sociedad DR LANGE™. La pintura ha sido previamente aplicada mediante un tirafilme manual estándar, en un espesor de 150 µm sobre un cartón de contraste. Se mide entonces el valor de la reflectancia Y_b sobre la parte blanca del sustrato y el valor de la reflectancia Y_n sobre la parte negra del sustrato. El valor obtenido en el espacio cromático (X, Y, Z) es una media realizada sobre tres mediciones.

- 25 Se mide el brillo con un reflectómetro Micro-Tri-Gloss™ comercializado por la sociedad BRANDT™ con ángulos iguales a 60° y 85° (BS 60 y BS 85) según la norma NF T 30-064. La pintura ha sido previamente aplicada mediante un tirafilme manual estándar, en un espesor de 150 µm sobre una placa de vidrio.

propiedades ópticas	Ensayo nº7 (Arte Anterior)	Ensayo nº8 (Invención)	Ensayo nº9 (Invención)	Ensayo nº10 (Invención)
PC	referencia	idéntico a la referencia	idéntico a la referencia	idéntico a la referencia
L	97,4	97,4	97,5	97,6
B	1,1	1,2	1,1	1,05
RC (%)	97,1	97,3	97,2	97,2
BS 60	3,8	3,9	3,7	3,8
BS 85	4,0	4,0	3,9	4,1

Cuadro 3: propiedades ópticas medidas sobre las pinturas formuladas según los ensayos nº7 a nº10.

5

PC: poder cubriente húmedo estimado visualmente
L: blancura medida con un espectrocolorímetro Spectro-Pen™ comercializado por la sociedad DR LANGE™

10

b: subtono medido con un espectrocolorímetro Spectro-Pen™ comercializado por la sociedad DR LANGE™

RC (%): relación de contraste medida con un espectrocolorímetro Spectro-Pen™ comercializado por la sociedad DR LANGE™

15

BS 60, BS 85: mediciones de brillo a 60 y 85 ° realizadas con un reflectómetro Micro-Tri-Gloss™ comercializado por la sociedad BRANDT™, según la norma NF T 30-064.

20

Los resultados del cuadro 3 demuestran que las propiedades ópticas medidas para las pinturas formuladas según la invención son equivalentes a las del arte anterior.

25

Por último, para los ensayos nº7 a nº10, se ha determinado la compatibilidad pigmentaria de las pinturas así formuladas, por la medición del parámetro Delta E (ΔE).

La determinación del valor del Delta E (ΔE) de la formulación acuosa coloreada mate es efectuada añadiendo, a la base blanca, 5 % en peso de pigmento negro, es decir 50

gramos de pigmento negro (COLANYL™ Negro comercializado por la sociedad CLARIANT™) en 190 gramos de pintura blanca.

5 Esta prueba de medición de ΔE es denominada “ensayo de engomado al dedo”, conocida por el profesional por el término “rub out”.

10 Esta prueba consiste en aplicar sin cizallamiento, mediante un filmógrafo, 150 micrómetros de la formulación de la pintura mate o satinada coloreada a probar sobre un cartón de contraste, es decir lentamente y sin esfuerzo y esperar 45 segundos, y luego aplicar un cizallamiento por frotamiento, con el dedo, de la película aún viscosa de pintura, durante treinta segundos en cualquier lugar.

15 Después del secado de la película, la diferencia colorimétrica entre la zona cizallada (zona frotada) y la zona no cizallada (zona de la película no frotada) determinada mediante el espectrofotómetro Spectro-Pen™, permite evaluar (valor del ΔE) si la composición de pintura probada presenta o no una buena compatibilidad pigmentaria.

Los valores de ΔE determinados para las formulaciones coloreadas realizadas a partir de las pinturas correspondientes a los ensayos nº7 a nº10 están indicados en el cuadro 4.

20

Formulaciones coloreadas realizadas a partir de la base blanca del ensayo:	nº 7 (Arte Anterior)	nº 8 (Invención)	nº 9 (Invención)	nº 10 (Invención)
ΔE	0,6	0,5	0,4	0,5

Cuadro 4: valores de ΔE medidos para diferentes formulaciones coloreadas realizadas a partir de las bases blancas correspondientes a los ensayos nº7 a nº10.

25

Los valores del cuadro 4 demuestran que la compatibilidad pigmentaria de las pinturas coloreadas formuladas según la invención sigue siendo idéntica a la correspondiente al ensayo según el arte anterior.

70

Ensayo nº11

Este ensayo concierne a la formulación de una pintura satinada, según el arte anterior, en la cual el carbonato es introducido únicamente en forma de polvo seco.

Se trata aquí de un carbonato de calcio que es mármol procedente de Avenza (Italia), que posee un diámetro mediano de 2 µm. Es comercializado por la sociedad OMYA™ con el nombre de Omyacarb™ 2-AV.

El espesante utilizado es un espesante poliuretano de tipo HEUR comercializado por la sociedad COATEX™ con el nombre Coapur™ 3025.

Ensayo nº12

Este ensayo concierne a la formulación de una pintura satinada, según la invención.

El carbonato de calcio es introducido en forma de suspensión acuosa según la invención y descrita en el ensayo nº5.

La lista de los componentes así como su proporciones en peso están indicadas en el cuadro 5, para las pinturas correspondientes a los ensayos nº11 y nº12.

Para las pinturas correspondientes a estos 2 ensayos, el formulador ha trabajado a masa constante de cada componente, por lo que la masa de carbonato de calcio es idéntica para estos ensayos e igual a 150 g, la masa de espesante es idéntica e igual a 20 g.

Componentes	Ensayo nº11 (Arte Anterior)	Ensayo nº12 (Invención)
Suspensión de carbonato molido según el ensayo nº5	0	291,3
Omyacarb™ 2-AV	150,0	0
Tiona™ RL 68	200,0	200,0
Agua (añadida)	90,0	0
Coapur™ 3025	20,0	14,0
Coatex™ BR3	4,0	4,0
Mergal™ K6N	2,0	2,0
Nopco™ NDW	1,0	1,0
Butildiglicol	15,0	15,0
Amoniaco	3,2	3,2
Tego Foamex™ 1488	1,0	1,0
Texanol™	15,0	15,0
Acronal™ 290 D	440,0	440,0
Total	1000,0	1000,0

Cuadro 5: composición de las pinturas formuladas según los ensayos nº11 y nº12.

Las cifras designan masas en peso.

Tiona™ RL 68 designa dióxido de titanio comercializado por la sociedad MILLENNIUM™

5

Coatex™ P90 es un dispersante poliacrílico comercializado por la sociedad COATEX™

Mergal™ K6N es un bactericida comercializado por la sociedad TROY™

10

Nopco™ NDW es un agente antiespumante comercializado por la sociedad COGNIST™

Tego Foamex™ 1488 es un agente antiespumante comercializado por la sociedad TEGO CHEMIE™

15

Texanol™ es un agente de coalescencia comercializado por la sociedad EASTMAN KODAK™

Acronal™ 290 D es un ligante acrílico comercializado por la sociedad BASF™

20

Los valores de las viscosidades ICI™, Stormer™ y Brookfield™, medidas a diferentes instantes, para las pinturas formuladas durante los ensayos nº11 y nº12 están resumidas en el cuadro 5 bis.

Viscosidades		Ensayo nº11 (Arte Anterior)	Ensayo nº12 (Invención)
T = 0	μ^I (Po)	2,3	2,4
	μ^S (K.U)	94	96
	μ^B_{10} (mPa.s)	4400	4600
	μ^B_{100} (mPa.s)	1900	2010
T = 24 horas	μ^I (Po)	2,5	2,7
	μ^S (K.U)	103	107
	μ^B_{10} (mPa.s)	6800	6900
	μ^B_{100} (mPa.s)	2790	2930

Cuadro 5 bis: viscosidades medidas con las pinturas formuladas según los ensayos nº11 y nº12.

- 5 μ^I (Po): viscosidad ICI™
 μ^S (K.U): viscosidad Stormer™
 μ^B_{10} (mPa.s): viscosidad Brookfield™ determinada a 10 vueltas por minuto
 μ^B_{100} (mPa.s): viscosidad Brookfield™ determinada a 100 vueltas por minuto
- 10 Los resultados del cuadro 5 bis demuestran que la pintura formulada según la invención posee un comportamiento reológico mejorado con respecto al arte anterior: se observa un aumento de las viscosidades ICI™ y Stormer™. Esta mejora conduce a una mayor calidad de aplicación de las pinturas.
- 15 Por otra parte, las viscosidades Brookfield™ observadas para las pinturas según la invención demuestran que estas formulaciones son estables en el tiempo.

Ensayo nº13

- Este ensayo corresponde a la formulación de una pintura mate, según el arte anterior.
- Una parte del carbonato de calcio es introducida en forma de polvo seco: se trata de un
- 20 carbonato de calcio que es mármol de Avenza, con un diámetro mediano de 2 μm . Es comercializado por la sociedad OMYA™ con el nombre de Omyacarb™ 2-AV.
- La otra parte es introducida en forma de una suspensión acuosa de carbonato de calcio que es mármol de Avenza, con un diámetro mediano inicial de 10 μm . Esta suspensión
- 25 se obtiene a partir de un proceso de molienda según el arte anterior, en presencia de 0,3 % en peso seco de un agente de molienda clásico que es un poliacrilato de sodio. La suspensión obtenida presenta una concentración en materia seca igual a 75 % de su peso total, y el carbonato de calcio así afinado y contenido en la suspensión posee un diámetro mediano de 5 μm .

30

Ensayo nº14

Este ensayo corresponde a la formulación de una pintura mate, según la invención.

Una parte del carbonato de calcio es introducida en forma de polvo seco: se trata de un carbonato de calcio que es mármol de Avenza, con un diámetro mediano de 2 µm. Es comercializado por la sociedad OMYA™ con el nombre de Omyacarb™ 2-AV.

5 La otra parte es introducida en forma de la suspensión acuosa del ensayo nº6.

La lista de los componentes así como sus proporciones en peso están indicadas en el cuadro 6, para las pinturas correspondientes a los ensayos 13 y 14.

10 Para las pinturas correspondientes a estos 2 ensayos, el formulador ha trabajado a masa constante de cada componente, por lo que la masa de carbonato de calcio es idéntica para estos ensayos e igual a 500 g, la masa de ligante es idéntica e igual a 160 g.

Componentes	Ensayo nº13 (Arte Anterior)	Ensayo nº14 (Invención)
Suspensión de carbonato molido según el ensayo nº6	0	518,7
Suspensión de carbonato molido en presencia de poliacrilato de sodio (arte anterior)	400,0	0
Omyacarb™ 2-AV	200,0	200,0
Tiona™ RL 68	80,0	80,0
Agua (añadida)	113,3	3,3
Rheo 2000™	20,0	11,3
Mergal™ K6N	2,0	2,0
Acronal™ 290 D	160,0	160,0
Nopco™ NDW	2,0	2,0
Butildiglicol	10,0	10,0
White Spirit	10,0	10,0
Amoniac	2,7	2,7
Total	1000,0	1000,0

15

Cuadro 6: composición de las pinturas formuladas según los ensayos nº13 y nº14.

Las cifras designan masas en gramos.

20

CS designa el contenido en sólido, es decir la fracción en peso de materia seca en %

Tiona™ RL 68 designa dióxido de titanio comercializado por la sociedad MILLENNIUM™

5 Contex™ P90 es un dispersante poliacrílico comercializado por la sociedad COATEX™

Mergal™ K6N es un bactericida comercializado por la sociedad TROY™

10 Nopco™ NDW es un agente antiespumante comercializado por la sociedad COGNIS™

Acrona™ 290 D es un ligante acrílico comercializado por la sociedad BASF™

15 Los valores de las viscosidades ICI™, Stormer™ y Brookfield™, medidas en diferentes instantes, para las pinturas formuladas durante los ensayos nº13 y nº14 están resumidos en el cuadro 6 bis.

Viscosidades		Ensayo nº13 (Arte Anterior)	Ensayo nº14 (Invención)
T = 0	μ^I (P)	2,2	2,8
	μ^S (K.U)	89	90
	μ^B_{10} (mPa.s)	5500	5600
	μ^B_{100} (mPa.s)	1640	1760
T = 24 horas	μ^I (P)	2,4	2,7
	μ^S (K.U)	92	99
	μ^B_{10} (mPa.s)	5500	6400
	μ^B_{100} (mPa.s)	1870	2300
T = 7 días	μ^B_{10} (mPa.s)	5700	6500
	μ^B_{100} (mPa.s)	1850	1950
T = 1 mes	μ^B_{10} (mPa.s)	5700	6200
	μ^B_{100} (mPa.s)	1780	1900

Cuadro 6 bis: viscosidades medidas con las pinturas formuladas según los ensayos nº13 y nº14.

20

- μ^I (P): viscosidad ICI™
- μ^S (K.U): viscosidad Stormer™
- μ^B_{10} (mPa.s): viscosidad Brookfield™ determinada a 10 vueltas por minuto
- μ^B_{100} (mPa.s): viscosidad Brookfield™ determinada a 100 vueltas por minuto

75

Los resultados del cuadro 6 bis demuestran que la pintura formulada según la invención posee un comportamiento reológico mejorado con respecto al arte anterior: se observa un aumento de las viscosidades ICI™ y Stormer™. Esta mejora conduce a una mayor calidad de aplicación de las pinturas.

Por otra parte, las viscosidades Brookfield™ observadas para la pintura según la invención demuestran que esta formulación es estable en el tiempo.

Ejemplo 3

Este ejemplo hace referencia a la fabricación de suspensiones acuosas de materias minerales a través de un proceso de molienda según la invención, en presencia de un espesante (ensayos nº15 y 17 a 19), o de una mezcla de dos espesantes (ensayo nº16). También concierne a las suspensiones de materias minerales así obtenidas, a partir del proceso de molienda según la invención.

15

En los ensayos nº15 a 18, se utiliza un carbonato de calcio que es mármol procedente de Avenza (Italia), y que presenta un diámetro mediano inicial denominado d_{50} igual a 10 μm (el 50 % de las partículas de carbonato de calcio poseen un diámetro inferior o igual a 10 μm). Es comercializado por la sociedad OMYA™ con el nombre Omyacarb™ 10 AV.

20

En el ensayo nº19, se utiliza un carbonato de calcio precipitado, que presenta un diámetro mediano inicial denominado d_{50} igual a 4,8 μm (el 50 % de las partículas de carbonato de calcio poseen un diámetro inferior o igual a 4,8 μm). Es comercializado por la sociedad SOLVAY™ con el nombre Socal™ P3.

25

Las materias minerales están molidas según el proceso según la invención como se ha descrito en el ejemplo 1.

Para los ensayos nº15 a 19, la granulometría de las suspensiones acuosas es determinada, después de la molienda, de la misma manera que la descrita para el ejemplo 1.

30

Posteriormente, se determina, según el mismo método que el utilizado durante el ejemplo 1, las viscosidades Brookfield™ a dos velocidades de rotación de 10 y 100 revoluciones por minuto -respectivamente denominadas μ_{10} y μ_{100} - y eso, en los instantes $t = 0$ y $t = 8$ días después de un minuto de agitación.

5

Ensayo n°15

Este ensayo ilustra la invención y utiliza el 0,25 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un espesante acrílico de tipo ASE comercializado por la sociedad COATEX™ con el nombre Viscosatex™ V46. También utiliza el 50,0 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión del carbonato de calcio de Avenza, y el resto de agua.

10

Ensayo n°16

Este ensayo ilustra la invención y utiliza el 0,25 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un espesante acrílico de tipo HASE comercializado por la sociedad COATEX™ con el nombre Rheo 2000™ y 0,25 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un espesante poliuretano de tipo HEUR comercializado por la sociedad COATEX™ con el nombre Coapur™ 2025. También utiliza el 50,0 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión del carbonato de calcio de Avenza, y el resto de agua.

15

20

Ensayo n°17

Este ensayo ilustra la invención y utiliza el 0,10 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un espesante acrílico de tipo ASE comercializado por la sociedad COATEX™ con el nombre Rheo 2000™. También utiliza el 20,0 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión del carbonato de calcio de Avenza, y el resto de agua.

25

Ensayo n°18

Este ensayo ilustra la invención y utiliza el 0,25 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un espesante poliéter comercializado por la sociedad AQUALON™ con el nombre Aquaflow™ NHS 300. También utiliza el 50,0 % en peso

30

77

seco con respecto al peso total de la suspensión del carbonato de calcio de Avenza, y el resto de agua.

Ensayo nº19

5 Este ensayo ilustra la invención y utiliza el 0,25 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión, de un espesante poliuretano de tipo HEUR comercializado por la sociedad COATEX™ con el nombre Coapur™ 2025. También utiliza el 50,0 % en peso seco con respecto al peso total de la suspensión del carbonato de calcio precipitado Socal™ P3, y el resto de agua.

10

Los valores de los diámetros medianos d_{50} determinados después de la molienda, así como los valores de las viscosidades Brookfield™ μ_{10} y μ_{100} , medidas después de la molienda en los instantes $t = 0$ y $t = 8$ días después de un minuto de agitación, están indicados en el cuadro 7.

15

		Invención				
Ensayo nº		15	16	17	18	19
Carbonato de calcio (% en peso seco)		50	50	20	50	50
Espesante (% en peso seco)		0,25	0,50	0,10	0,25	0,25
d_{50} (µm)		5,6	4,9	2,5	4,3	2,1
Viscosidad a T=0	μ_{10} (mPa.s)	160	50	40	800	1630
	μ_{100} (mPa.s)	73	30	10	110	250
Viscosidad a T=8 días	μ_{10} (mPa.s)	110	45	40	760	3120
	μ_{100} (mPa.s)	90	30	10	175	110

Cuadro 7: diámetro mediano d_{50} después de la molienda, y viscosidades Brookfield™ μ_{10} y μ_{100} , después de la molienda (en los instantes $t = 0$ y $t = 8$ días después de un minuto de agitación)

20

Los diámetros medianos correspondiente a los ensayos nº15 a nº19 demuestran que, para el proceso según la invención, los espesantes utilizados se comportan realmente

como agentes de ayuda a la molienda, en el sentido de que se observa una disminución notable del tamaño de las partículas de carbonato de calcio.

5 Por último, se constata que cada suspensión obtenida según la invención es estable en el tiempo.

Ejemplo 4

Este ejemplo ilustra la invención y concierne a la fabricación de un enfoscado, de un enlucido y de un pegamento según la invención.

10

Ensayo n°20

Este ensayo ilustra la invención y está relacionado con la fabricación de un enfoscado según la invención.

15 Para ello, se realiza por lo tanto un enfoscado, según los métodos bien conocidos por el profesional, y cuya composición está indicada en el cuadro 8.

Este ensayo utiliza en particular la suspensión acuosa de materia mineral molida según la invención, y obtenida durante el ensayo n°15.

Componentes	Peso (g)
Suspensión acuosa de materia mineral según el ensayo n°15	259,5
Coatex™ P90	3,0
Mergal™ K6N	2,0
TiO2 RL68	60,0
Hydrocarb™	35,0
Durcal™ 130	110,0
Rhodopas™ DS 910 (50%)	200,0
Monoetilenglicol	10,0
White Spirit	10,0
Granicalcium™	300,0
Amoniaco	2,5
Viscoatex™ 46	18,0

20

Cuadro 8: composición de una formulación enfoscado según la invención

Coatex™ P90 es un dispersante acrílico comercializado por la sociedad COATEX™

25

Mergal™ K6N es un biocida comercializado por la sociedad TROY™

TiO₂ RL 68 es dióxido de titanio comercializado por la sociedad MILLENIUM™

5 Hydrocarb™ y Durcal™ 130 son carbonatos de calcio comercializados por la sociedad OMYA™

Rhodopas™ DS 910 es un ligante estireno acrílico comercializado por la sociedad RHODIA™

10 Viscoatex™ 46 es un espesante acrílico comercializado por la sociedad COATEX™

Se obtiene así una formulación, cuyas viscosidades Brookfield™ medidas a 1, 10 y 100 revoluciones por minuto (según los métodos anteriormente descritos), son respectivamente iguales, en el instante $t = 0$, a:

15 600.000 mPa.s, 115.000 mPa.s, 15.000 mPa.s.

Estas viscosidades, medidas en el instante $t = 24$ horas, son respectivamente iguales a: 400.000 mPa.s, 82.000 mPa.s, 14 500 mPa.s.

20 Estos valores demuestran que las viscosidades Brookfield™ obtenidas son perfectamente compatibles con una utilización de la formulación según la invención en el ámbito de los enfoscados.

Ensayo n°21

25 Este ensayo ilustra la invención y está relacionado con la fabricación de un enlucido según la invención.

Para ello, se realiza por lo tanto un enlucido, según los métodos bien conocidos por el profesional, y cuya composición está indicada en el cuadro 9.

Este ensayo utiliza en particular la suspensión acuosa de materia mineral molida según la invención, y obtenida durante el ensayo n°15.

30

Componentes	Peso (g)
Suspensión acuosa de materia mineral según el ensayo nº15	798,4
Nopco™ NDW	2,0
Mergal™ K6N	0,6
Myanit™	120,0
Acronal™ 290D (50%)	12,0
Sosa 20%	20,0
Viscoatex™ 46 (32%)	70,0

Cuadro 9: composición de una formulación de enlucido según la invención

- 5
- Nopco™ NDW es un antiespumante comercializado por la sociedad COGNIS™
Mergal™ K6N es un biocida comercializado por la sociedad TROY™
Myanit™ es un carbonato de calcio comercializado por la sociedad OMYA™
Acronal™ 290 D es un ligante estireno acrílico comercializado por la sociedad BASF™
- 10
- Se obtiene así una formulación, cuyas viscosidades Brookfield™ medidas a 1, 10 y 100 revoluciones por minuto (según los métodos anteriormente descritos pero en este caso, con un módulo de tipo Hélipath™), son respectivamente iguales, en el instante t = 0, a:
440.000 mPa.s, 59.000 mPa.s, 18.000 mPa.s.
Estas viscosidades, medidas en el instante t=24 horas, son respectivamente iguales a:
- 15
- 570.000 mPa.s, 70.000 mPa.s, 20 500 mPa.s.

Estos valores demuestran que las viscosidades Brookfield™ obtenidas son perfectamente compatibles con una utilización de la formulación según la invención en el ámbito de los enlucidos.

20

Ensayo nº22

Este ensayo ilustra la invención y está relacionado con la fabricación de un pegamento según la invención.

Para ello, se realiza por lo tanto un pegamento, según los métodos bien conocidos por el profesional, y cuya composición está indicada en el cuadro 10.

25

Este ensayo utiliza en particular la suspensión acuosa de materia mineral molida según la invención, y obtenida durante el ensayo nº15.

Componentes	Peso (g)
Suspensión acuosa de materia mineral según el ensayo n°15	199,6
Mergal™ K6N	2,0
Nopco™ NDW	1,0
Rhodopas™ DS 910 (50%)	160,0
Durcal™ 2	140,0
Durcal™ 130	524,4
Butildiglicol	14,0
Amoniaco	10,0
Viscoatex™ 46	70,0

Cuadro 10: composición de una formulación de pegamento según la invención

Nopco™ NDW es un antiespumante comercializado por la sociedad COGNIS™

5 Rhodopas™ DS 910 es un ligante estireno acrílico comercializado por la sociedad RHODIA™

Durcal™ 2 y Durcal™ 130 son carbonatos de calcio comercializados por la sociedad OMYA™

Viscoatex™ 46 es un espesante acrílico comercializado por la sociedad COATEX™

10 Se obtiene así una formulación, cuyas viscosidades Brookfield™ medidas a 1, 10 y 100 revoluciones por minuto (según los métodos anteriormente descritos pero en este caso, con un módulo de tipo Hélipath™), son respectivamente iguales, en el instante t = 0, a: 975.000 mPa.s, 210.000 mPa.s, 42.000 mPa.s.

15 Estas viscosidades, medidas en el instante t=24 horas, son respectivamente iguales a: 1.070.000 mPa.s, 350.000 mPa.s, 94.000 mPa.s.

Estos valores demuestran que las viscosidades Brookfield™ obtenidas son

20 perfectamente compatibles con una utilización de la formulación según la invención en el ámbito de los pegamentos.

82

REIVINDICACIONES

1 - Proceso de fabricación de una suspensión estable de materias minerales en el agua, caracterizado en que dichas materias minerales son molidas en presencia de espesantes.

5

2 - Proceso según la reivindicación 1 caracterizado en que las materias minerales son un pigmento y/o una carga mineral elegida entre el carbonato de calcio sintético o natural, las dolomías, el caolín, el talco, el yeso, la cal, la magnesita, el dióxido de titanio, el blanco satén, el trióxido de aluminio o incluso el trihidróxido de aluminio, la mica, los óxidos de cinc y de hierro, el sulfato de bario y la mezcla de estas cargas entre ellas, como las mezclas talco-carbonato de calcio, carbonato de calcio-caolín, o incluso las mezclas de carbonato de calcio con el trihidróxido de aluminio o el trióxido de aluminio, o incluso las mezclas con fibras sintéticas o naturales o incluso las coestructuras de los minerales como las coestructuras talco-carbonato de calcio o talco-dióxido de titanio, o sus mezclas.

10
15

3 - Proceso según la reivindicación 2 caracterizado en que las materias minerales son carbonato de calcio sintético o natural, dióxido de titanio, o sus mezclas.

4 - Proceso según la reivindicación 3 caracterizado en que las materias minerales son un carbonato de calcio sintético o un carbonato de calcio natural elegido entre el mármol, la calcita, la creta o sus mezclas.

20

5 - Proceso según una de las reivindicaciones 1 a 4 caracterizado en que los espesantes son elegidos entre los espesantes naturales, y en particular elegidos entre las gomas naturales, los CMC (Carboximetilcelulosas) y los HEC (Hidroxietilcelulosas), o elegidos entre los espesantes sintéticos, y en particular elegidos entre las gomas sintéticas, los espesantes acrílicos de tipo HASE (Emulsiones modificadas hidrofóbicamente y espesantes en medio alcalino o hidrophobically modified Alkali-swellaable Emulsions) o ASE (Emulsiones espesantes en medio alcalino o Alkali Soluble Emulsions), poliuretanos, poliéteres, poliésteres o a base de PVP (polivinilpirrolidona).

25

30

6 - Proceso según la reivindicación 5 caracterizado en que los espesantes son elegidos entre los espesantes acrílicos de tipo HASE (Emulsiones modificadas hidrofóbicamente y espesantes en medio alcalino o hydrophobically modified Alkali-swellable Emulsions) y los espesantes poliuretanos.

5

7 - Proceso según una de las reivindicaciones 1 a 6 caracterizado en que se utiliza además al menos un agente de ayuda a la molienda.

10

8 - Proceso según una de las reivindicaciones 1 a 7 caracterizado en que utiliza al menos 15 % en peso seco de materias minerales con respecto al peso total de la suspensión acuosa, de 0,01 % a 5 % en peso seco de espesantes con respecto al peso total de la suspensión acuosa, y de 0 a 5 % en peso seco de agentes de ayuda a la molienda con respecto al peso total de la suspensión acuosa.

15

9 - Proceso según la reivindicación 8 caracterizado en que utiliza al menos 30 % en peso seco de materias minerales con respecto al peso total de la suspensión acuosa, de 0,5 % a 1,5 % en peso seco de espesantes con respecto al peso total de la suspensión acuosa, y de 0 a 2 % en peso seco de agentes de ayuda a la molienda con respecto al peso total de la suspensión acuosa.

20

10 - Proceso según la reivindicación 9 caracterizado en que utiliza al menos 50 % en peso seco de materias minerales con respecto al peso total de la suspensión acuosa, de 0,5 % a 1,5 % en peso seco de espesantes con respecto al peso total de la suspensión acuosa, y no utiliza agentes de ayuda a la molienda.

25

11 - Suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesante caracterizadas en que éstas presentan un contenido en peso seco de materias minerales superior o igual a 15 %, y en que éstas contienen de 0,01 % a 5 % en peso seco de espesantes con respecto al peso total de la suspensión acuosa, y de 0 a 5 % en peso seco de agentes de ayuda a la molienda con respecto al peso total de la suspensión acuosa.

30

12 - Suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesante según la reivindicación 11, caracterizadas en que éstas presentan un contenido en peso seco de materias minerales superior o igual a 30 %, y en que éstas contienen de 0,5 % a 1,5 % en peso seco de espesantes con respecto al peso total de la suspensión acuosa, y de 0 a 2 % en peso seco de agentes de ayuda a la molienda con respecto al peso total de la suspensión acuosa.

13 - Suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según la reivindicación 12, caracterizadas en que éstas presentan un contenido en peso seco de materias minerales superior o igual a 50 %, y en que éstas contienen de 0,5 % a 1,5 % en peso seco de espesante con respecto al peso total de la suspensión acuosa, y ningún agente de ayuda a la molienda.

14 - Suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesante según una de las reivindicaciones 11 a 13, y caracterizadas en que éstas presentan una granulometría tal como al menos el 50 % de las partículas de materias minerales tienen un diámetro inferior o igual a 30 μm , es decir un diámetro mediano d_{50} inferior o igual a 30 μm .

15 - Suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesante según la reivindicación 14, y caracterizadas en que éstas presentan una granulometría tal como al menos el 50 % de las partículas de materias minerales tienen un diámetro inferior o igual a 15 μm , es decir un diámetro mediano d_{50} inferior o igual a 15 μm .

16 - Suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesante según la reivindicación 15, y caracterizadas en que éstas presentan una granulometría tal como al menos el 50 % de las partículas de materias minerales tienen un diámetro inferior o igual a 10 μm , es decir un diámetro mediano d_{50} inferior o igual a 10 μm .

17 - Suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesante según la reivindicación 16, y caracterizadas en que éstas presentan una granulometría tal como al menos el 50 % de las partículas de materias minerales tienen un diámetro inferior o igual a 5 μm , es decir un diámetro mediano d_{50} inferior o igual a 5 μm .

- 18 - Suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según una de las reivindicaciones 11 a 17, caracterizadas en que las materias minerales son un pigmento y/o una carga mineral elegida entre el carbonato de calcio sintético o natural, las dolomías, el caolín, el talco, el yeso, la cal, la magnesia, el dióxido de titanio, el blanco satén, el trióxido de aluminio o incluso el trihidróxido de aluminio, la mica, los óxidos de cinc y de hierro, el sulfato de bario y la mezcla de estas cargas entre ellas, como las mezclas talco-carbonato de calcio, carbonato de calcio-caolín, o incluso las mezclas de carbonato de calcio con el trihidróxido de aluminio o el trióxido de aluminio, o incluso las mezclas con fibras sintéticas o naturales o incluso las coestructuras de los minerales como las coestructuras talco-carbonato de calcio o talco-dióxido de titanio, o sus mezclas.
- 19 - Suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según la reivindicación 18, caracterizadas en que las materias minerales son carbonato de calcio sintético o natural, dióxido de titanio, o sus mezclas.
- 20 - Suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según la reivindicación 19, caracterizadas en que las materias minerales son un carbonato de calcio sintético o un carbonato de calcio natural elegido entre el mármol, la calcita, la creta o sus mezclas.
- 21 - Suspensiones acuosas según una de las reivindicaciones 11 a 20, caracterizadas en que los espesantes son elegidos entre los espesantes naturales, y en particular elegidos entre las gomas naturales, los CMC (Carboximetilcelulosas) y los HEC (Hidroxietilcelulosas), o elegidos entre los espesantes sintéticos, y en particular elegidos entre las gomas sintéticas, los espesantes acrílicos de tipo HASE (Emulsiones modificadas hidrofobicamente y espesantes en medio alcalino o hydrophobically modified Alkali-swelling Emulsions) o ASE (Emulsiones espesantes en medio alcalino o Alkali Soluble Emulsions), poliuretanos, poliéteres, poliésteres o a base de PVP (polivinilpirrolidona).

22 - Suspensiones acuosas según la reivindicación 21, caracterizadas en que los espesantes son elegidos entre los espesantes acrílicos de tipo HASE (Emulsiones modificadas hidrofóbicamente y espesantes en medio alcalino o hydrophobicali modified Alkali-swellable Emulsions) y los espesantes poliuretanos.

5

23 - Uso de suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según una de las reivindicaciones 11 a 22 en formulaciones acuosas, tales como formulaciones de revestimientos tales como pinturas acuosas, enfoscados, tintas, enlucidos, masillas, adhesivos, pegamentos, y formulaciones acuosas que incorporan

10

24 - Pinturas acuosas caracterizadas en que contienen las suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según una de las reivindicaciones 11 a 22.

15

25 - Enfoscados caracterizados en que contienen las suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según una de las reivindicaciones 11 a 22.

26 - Tintas caracterizadas en que contienen las suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según una de las reivindicaciones 11 a 22.

20

27 - Enlucidos caracterizados en que contienen las suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según una de las reivindicaciones 11 a 22.

25

28 - Masillas caracterizadas en que contienen las suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según una de las reivindicaciones 11 a 22.

29 - Adhesivos caracterizados en que contienen las suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según una de las reivindicaciones 11 a 22.

30

30 Pegamentos caracterizados en que contienen las suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según una de las reivindicaciones 11 a 22.

31 - Formulaciones acuosas que incorporan materias minerales caracterizadas en que contienen las suspensiones acuosas de materias minerales molidas en presencia de espesantes según una de las reivindicaciones 11 a 22.

RESUMEN

La invención hace referencia a un proceso de molienda de materias minerales en el agua, en presencia de espesantes, las suspensiones estables de materias minerales
5 molidas en el agua obtenidas por el proceso según la invención, así como el uso de dichas suspensiones en formulaciones acuosas, en particular formulaciones de revestimientos tales como pinturas acuosas, enfoscados, tintas, enlucidos, masillas, adhesivos, pegamentos, y otras formulaciones acuosas que incorporan materias
minerales.

10

Por último, la invención está relacionada con las formulaciones acuosas obtenidas según la invención.

TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS

Expéditeur : L'ADMINISTRATION CHARGÉE DE
LA RECHERCHE INTERNATIONALE

29

PCT

Destinataire :

voir le formulaire PCT/ISA/220

OPINION ÉCRITE DE L'ADMINISTRATION
CHARGÉE DE LA RECHERCHE
INTERNATIONALE

(règle 43bis.1 du PCT)

Date d'expédition

(journalière) voir le formulaire PCT/ISA/210 (deuxième feuille)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire
voir le formulaire PCT/ISA/220

POUR SUITE À DONNER
Voir le point 2 ci-dessous

Demande internationale No.
PCT/FR2005/001716

Date du dépôt international (journalière)
05.07.2005

Date de priorité (journalière)
13.07.2004

Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB
B02C23/18, C09C3/04, C09D7/14, C09D1/00, C09J11/04

Déposant
COATEX S.A.S.

1. La présente opinion contient des indications et les pages correspondantes relatives aux points suivants :

- ☒ Cadre n° I Base de l'opinion
- ☐ Cadre n° II Priorité
- ☐ Cadre n° III Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle
- ☐ Cadre n° IV Absence d'unité de l'invention
- ☒ Cadre n° V Déclaration motivée selon la règle 43bis.1(a)(i) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
- ☐ Cadre n° VI Certains documents cités
- ☒ Cadre n° VII Irregularités dans la demande internationale
- ☒ Cadre n° VIII Observations relatives à la demande internationale

2. SUITE À DONNER

Si une demande d'examen préliminaire internationale est présentée, la présente opinion sera considérée comme une opinion écrite de l'administration chargée de l'examen préliminaire international, sauf dans le cas où le déposant a choisi une administration différente de la présente administration aux fins de l'examen préliminaire international et que l'administration considérée a notifié au Bureau international, selon la règle 88.1bis.b), qu'elle n'entend pas considérer comme les siennes les opinions écrites de la présente administration chargée de la recherche internationale.

Si, comme cela est indiqué ci-dessus, la présente opinion écrite est considérée comme l'opinion écrite de l'administration chargée de l'examen préliminaire international, le déposant est invité à soumettre à l'administration chargée de l'examen préliminaire international une réponse écrite, avec le cas échéant des modifications, avant l'expiration d'un délai de 3 mois à compter de la date d'envoi du formulaire PCT/ISA/220 ou avant l'expiration d'un délai de 22 mois à compter de la date de priorité, le délai expirant le dernier devant être appliqué.

Pour plus de détails sur les possibilités offertes au déposant, se référer au formulaire PCT/ISA/220.

3. Pour de plus amples détails, se référer aux notes relatives au formulaire PCT/ISA/220.

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la
recherche internationale



Office européen des brevets
D-80289 Munich
Tél. +49 89 2369 - 0 Tx: 523656 apmu d
Fax: +49 89 2369 - 4485

Fonctionnaire autorisé

Miao, K

N° de téléphone +49 89 2369-8584



90

Cadre n°1 Base de l'opinion

1. En ce qui concerne la langue, la présente opinion a été établie sur la base de la demande internationale dans la langue dans laquelle elle a été déposée, sauf indication contraire donnée sous ce point.
☐ La présente opinion a été établie sur la base d'une traduction de la langue dans laquelle la demande internationale a été déposée dans la langue suivante , qui est la langue de la traduction remise aux fins de la recherche internationale (selon les règles 12.3 et 23.1.b)).
2. En ce qui concerne la ou les séquences de nucléotides ou d'acides aminés divulguées dans la demande internationale, le cas échéant, la recherche internationale a été effectuée sur la base des éléments suivants :
 - a. Nature de l'élément :
☐ un listage de la ou des séquences
☐ un ou des tableaux relatifs au listage de la ou des séquences
 - b. Type de support :
☐ sur papier sous forme écrite
☐ sur support électronique sous forme déchiffrable par ordinateur
 - c. Moment du dépôt ou de la remise :
☐ contenu(s) dans la demande internationale telle que déposée
☐ déposé(s) avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur
☐ remis ultérieurement à la présente administration aux fins de la recherche
3. ☐ De plus, lorsque plus d'une version ou d'une copie d'un listage des séquences ou d'un ou plusieurs tableaux y relatifs a été déposée, les déclarations requises selon lesquelles les informations fournies ultérieurement ou au titre de copies supplémentaires sont identiques à celles initialement fournies et ne vont pas au-delà de la divulgation faite dans la demande internationale telle que déposée initialement, selon le cas, ont été remises.
4. Commentaires complémentaires :

91

Cadre n°V Déclaration motivée selon la règle 43bis.1(a)(i) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté	Oui : Revendications	
	Non : Revendications	1-4,7-20,23-30
Activité inventive	Oui : Revendications	
	Non : Revendications	1-4,7-20,23-30
Possibilité d'application industrielle	Oui : Revendications	1-31
	Non : Revendications	

2. Citations et explications

voir feuille séparée

Cadre n°VII Irrégularités dans la demande internationale

Les irrégularités suivantes, concernant la forme ou le contenu de la demande internationale, ont été constatées :

voir feuille séparée

Cadre n°VIII Observations relatives à la demande internationale

Les observations suivantes sont faites au sujet de la clarté des revendications, de la description et des dessins et de la question de savoir si les revendications se fondent entièrement sur la description :

voir feuille séparée

Concernant le point V.

1 Il est fait référence au document suivant:

D1 WO 93/12184 A (ROHM AND HAAS COMPANY)
24 juin 1993 (1993-06-24)

1.1. La présente demande ne remplit pas les conditions énoncées dans l'article 33(1) PCT, l'objet des revendications 1-4, 7-20 et 23-30 n'étant pas conforme au critère de nouveauté défini par l'article 33(2) PCT.

L'objet des revendications 1-4, 7-20 et 23-30 est anticipé par le document D1 en entier.

1.2. Par conséquent, la présente demande ne remplit pas les conditions énoncées dans l'article 33(1) PCT, l'objet des revendications 1-4, 7-20 et 23-30 n'impliquant pas une activité inventive telle que définie par l'article 33(3) PCT.

Concernant le point VII.

Contrairement à ce qu'exige la règle 5.1 a) ii) PCT, la description n'indique pas l'état de la technique antérieure pertinent exposé dans D1 et ne cite pas ce document.

Concernant le point VIII.

La demande ne remplit pas les conditions énoncées à l'article 6 PCT :

1. Les revendications ne sont pas supportées par la description.
2. La phrase "...sans toutefois et limiter la portée:" (voir page 11, ligne 26) doit être supprimée.

L'unité "...microns..." utilisée à la page 12, ligne 20 n'est pas exprimée en plus dans les unités visées à la règle 10.1/a) et b) PCT.

**PIJON ÉCRITE DE L'ADMINISTRATION
CHARGÉE DE LA RECHERCHE
INTERNATIONALE (FEUILLE SEPARÉE)**

Demande internationale n°

93

PCT/FR2005/001716

PCT

REQUÊTE

Le soussigné requiert que la présente demande internationale soit traitée conformément au Traité de coopération en matière de brevets.

PCT/FR2005/001716

Demande internationale n°

05 JUL. 2005 (05-07-2005)

Date du dépôt international

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
DEMANDE INTERNATIONALE PCT

Nom de l'office récepteur et "Demande internationale PCT"

Référence du dossier du déposant ou du mandataire (facultative)
(12 caractères au maximum) BR0139/PCT

Cadre n° I TITRE DE L'INVENTION Procédé de broyage de matières minérales en présence d'épaississants, suspensions aqueuses obtenues et leurs utilisations.	
Cadre n° II DÉPOSANT ☐ Cette personne est aussi inventeur	
Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.) COATEX S.A.S. 35 rue Ampère Z.I. Lyon Nord 89730 GENAY FRANCE	n° de téléphone +33 (0)4-72-08-20-00 n° de télécopieur +33 (0)4-72-08-20-32 n° de télécopieur n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office
Nationalité (nom de l'État): FRANCE	Domicile (nom de l'État): FRANCE
Cette personne est déposant pour : ☐ tous les États désignés ☒ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☐ les États-Unis d'Amérique ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire	
Cadre n° III AUTRE(S) DÉPOSANT(S) OU (AUTRE(S)) INVENTEUR(S)	
Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.) SUAU Jean-Marc 60 chemin Perault 69480 LUCENAY FRANCE	Cette personne est : ☐ déposant seulement ☒ déposant et inventeur ☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.) n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office
Nationalité (nom de l'État): FRANCE	Domicile (nom de l'État): FRANCE
Cette personne est déposant pour : ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☒ les États-Unis d'Amérique ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire	
☒ D'autres déposants ou inventeurs sont indiqués sur une feuille annexée.	
Cadre n° IV MANDATAIRE OU REPRÉSENTANT COMMUN; OU ADRESSE POUR LA CORRESPONDANCE	
La personne dont l'identité est donnée ci-dessous est désignée pour agir au nom de ou des déposants auprès des autorités internationales compétentes, c'est-à-dire : ☒ mandataire ☐ représentant commun	
Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays.) HESSANT Eric (chez) COATEX S.A.S. 35 Rue Ampère Z.I. Lyon Nord 89730 GENAY FRANCE	n° de téléphone +33 (0)4-72-08-20-44 n° de télécopieur +33 (0)4-72-08-20-32 n° de télécopieur n° sous lequel le mandataire est inscrit auprès de l'office
☐ Adresse pour la correspondance : cocher cette case lorsque aucun mandataire ni représentant commun n'est/a été désigné et que l'espace ci-dessus est utilisé pour indiquer une adresse spéciale à laquelle la correspondance doit être envoyée.	

Formulaire PCT/RO/101 (première feuille) (avril 2005)

Voir les notes relatives au formulaire de requête

Supprimé par RO

94

95

Suite du cadre n° III AUTRE(S) DÉPOSANT(S) OU (AUTRE(S)) INVENTEUR(S) Si aucun des sous-cadres suivants n'est utilisé, cette feuille ne doit pas être incluse dans la requête.	
Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.) RUHLMANN Denis 307 Impasse des Griottes Le Clos des Cerisiers 69730 GENAY FRANCE	Cette personne est : ☐ déposant seulement ☒ déposant et inventeur ☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.) n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office
Nationalité (nom de l'État) : FRANCE	Domicile (nom de l'État) : FRANCE
Cette personne est déposant pour : ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☒ les États-Unis d'Amérique seulement ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire	
Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.) JACQUEMET Christian 24 allée Henriette 69005 LYON FRANCE	Cette personne est : ☐ déposant seulement ☒ déposant et inventeur ☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.) n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office
Nationalité (nom de l'État) : FRANCE	Domicile (nom de l'État) : FRANCE
Cette personne est déposant pour : ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☒ les États-Unis d'Amérique seulement ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire	
Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.) MONGOIN Jacques Enchuel' 69650 QUINCIEUX FRANCE	Cette personne est : ☐ déposant seulement ☒ déposant et inventeur ☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.) n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office
Nationalité (nom de l'État) : FRANCE	Domicile (nom de l'État) : FRANCE
Cette personne est déposant pour : ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☒ les États-Unis d'Amérique seulement ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire	
Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.) 	Cette personne est : ☐ déposant seulement ☐ déposant et inventeur ☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.) n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office
Nationalité (nom de l'État) :	Domicile (nom de l'État) :
Cette personne est déposant pour : ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☐ les États-Unis d'Amérique seulement ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire	
☐ D'autres déposants ou inventeurs sont indiqués sur une feuille annexée.	

96

Cadre n° V DÉSIGNATIONS				
Le dépôt de la présente requête vaut, selon la règle 4.5.a), désignation de tous les États contractants liés par le PCT à la date du dépôt international, aux fins de la délivrance de tout titre de protection disponible et, le cas échéant, aux fins de la délivrance à la fois de brevets régionaux et nationaux.				
Cependant,				
☐ DE Allemagne n'est désignée pour aucun titre de protection nationale ☐ KR République de Corée n'est désignée pour aucun titre de protection nationale ☐ RU Fédération de Russie n'est désignée pour aucun titre de protection nationale				
(Les cases mentionnées ci-dessus peuvent être utilisées pour inscrire irrévocablement les désignations concernées afin d'éviter qu'une demande nationale antérieure dont la priorité est revendiquée ne cesse de produire ses effets en vertu de la législation nationale. Voir les notes relatives au cadre n° V en ce qui concerne les conséquences de telles dispositions de la législation nationale dans ces États et dans certains autres.)				
Cadre n° VI REVENDICATION DE PRIORITÉ				
La priorité de la ou des demandes antérieures suivantes est revendiquée :				
Date de dépôt de la demande antérieure (jour/mois/année)	Numéro de la demande antérieure	Lorsque la demande antérieure est une :		
		demande nationale : pays ou membre de l'OMC	demande régionale : office régional	demande internationale : office récepteur
point 1) 13 juillet 2004 (13/07/2004)	04 07803	FRANCE		
point 2)				
point 3)				
☐ D'autres revendications de priorité sont indiquées dans le cadre supplémentaire.				
L'office récepteur est prié de préparer et de transmettre au Bureau international une copie certifiée conforme de la ou des demandes antérieures (seulement si la demande antérieure a été déposée auprès de l'office qui, aux fins de la présente demande internationale, est l'office récepteur) indiquées ci-dessus sous :				
☐ tous les points ☐ le point 1) ☐ le point 2) ☐ le point 3) ☐ autre, voir le cadre supplémentaire				
* Si la demande antérieure est une demande ARIPO, indiquer au moins un pays partie à la Convention de Paris pour la protection de la propriété industrielle ou un membre de l'Organisation mondiale du commerce pour lequel cette demande antérieure a été déposée (règle 4.10.b)(2)) :				
Cadre n° VII ADMINISTRATION CHARGÉE DE LA RECHERCHE INTERNATIONALE				
Choix de l'administration chargée de la recherche internationale (ISA) (si plusieurs administrations chargées de la recherche internationale sont compétentes pour procéder à la recherche internationale, indiquer l'administration choisie; le code à deux lettres peut être utilisé) :				
ISA / O.E.B.				
Demande d'utilisation des résultats d'une recherche antérieure; mention de cette recherche (si une recherche antérieure a été effectuée par l'administration chargée de la recherche internationale ou demandée à cette dernière) :				
Date (jour/mois/année)	Numéro	Pays (ou office régional)		
3 février 2005 (03/02/2005)	FA 852174	Office Européen des Brevets		
Cadre n° VIII DÉCLARATIONS				
Les déclarations suivantes figurent dans les cadres n° VIII.i) à v) (cocher ci-dessous la ou les cases appropriées et indiquer dans la colonne de droite le nombre de chaque type de déclaration) :				Nombre de déclarations
☐ cadre n° VIII.i)	déclaration relative à l'identité de l'inventeur	:		
☐ cadre n° VIII.ii)	déclaration relative au droit du déposant, à la date du dépôt international, de demander et d'obtenir un brevet	:		
☐ cadre n° VIII.iii)	déclaration relative au droit du déposant, à la date du dépôt international, de revendiquer la priorité d'une demande antérieure	:		
☐ cadre n° VIII.iv)	déclaration relative à la qualité d'inventeur (seulement aux fins de la désignation des États-Unis d'Amérique)	:		
☐ cadre n° VIII.v)	déclaration relative à des divulgations non opposables ou à des exceptions au défaut de nouveauté	:		

97

Cadre n° IX BORDEREAU; LANGUE DE DÉPÔT		
La présente demande internationale contient :		Le ou les éléments suivants sont joints à la présente demande internationale (cocher la ou les cases appropriées et indiquer dans la colonne de droite le nombre de chaque élément) :
a) sur papier le nombre de feuilles suivant :		Nombre d'éléments
requête (y compris la ou les feuilles pour déclaration) :	4	1. ☒ feuille de calcul des taxes :
description (à l'exception du listing des séquences ou des tableaux y relatifs) :	33	2. ☒ original du pouvoir distinct :
revendications :	8	3. ☐ original du pouvoir général :
abrégé :	1	4. ☒ copie du pouvoir général; le cas échéant, numéro de référence : PCT/0.9993 :
dessins :		5. ☐ explication de l'absence d'une signature :
Sous-total de feuilles :	44	6. ☒ document(s) de priorité indiqué(s) dans le cadre n° VI au(x) point(s) : :
listing des séquences :		7. ☐ traduction de la demande internationale en (langue) : :
tableaux y relatifs :		8. ☐ indications séparées concernant des micro-organismes ou autre matériel biologique déposé :
(pour les deux éléments, nombre réel de feuilles s'ils sont déposés sur papier, qu'ils soient ou non également déposés sous forme électronique; voir c) ci-après)		9. ☐ listing des séquences sous forme électronique (indiquer type et nombre de supports) :
Nombre total de feuilles :	44	i) ☐ copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de la règle 13ter seulement (et non en tant que partie de la demande internationale) :
b) ☐ seulement sous forme électronique (instruction 801.a)ii)		ii) ☐ (seulement lorsque le cas b)ii) ou c)ii) de la colonne de gauche est coché) exemplaires supplémentaires, y compris, le cas échéant, copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de la règle 13ter :
i) ☐ listing des séquences		iii) ☐ avec la déclaration pertinente quant à l'identité entre la copie – ou les exemplaires supplémentaires – et le listing des séquences mentionné dans la colonne de gauche :
ii) ☐ tableaux y relatifs		10. ☐ tableaux sous forme électronique relatifs au listing des séquences (indiquer type et nombre de supports) :
c) ☐ également sous forme électronique (instruction 801.a)ii)		i) ☐ copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de l'instruction 802.b-quater) seulement (et non en tant que partie de la demande internationale) :
i) ☐ listing des séquences		ii) ☐ (seulement lorsque le cas b)ii) ou c)ii) de la colonne de gauche est coché) exemplaires supplémentaires, y compris, le cas échéant, copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de l'instruction 802.b-quater) :
ii) ☐ tableaux y relatifs		iii) ☐ avec la déclaration pertinente quant à l'identité entre la copie – ou les exemplaires supplémentaires – et les tableaux mentionnés dans la colonne de gauche :
Type et nombre de supports (disquette, CD-ROM, CD-R ou autre) sur lesquels figurent le ou les :		11. ☒ autres éléments (préciser) : Rapport de Recherche ... :
i) ☐ listing des séquences :		
ii) ☐ tableaux y relatifs :		
(exemplaires supplémentaires à indiquer aux points 9.A) ou 10.B), dans la colonne de droite)		
Figure des données qui doit accompagner l'abrégé :	Langue de dépôt de la demande internationale : Française	
Cadre n° X SIGNATURE DU DÉPOSANT, DU MANDATAIRE OU DU REPRÉSENTANT COMMUN		
À côté de chaque signature, indiquer le nom du signataire et à quel titre l'intéressé signe (si cela n'apparaît pas clairement à la lecture de la requête).		
 HESSANT Eric (Le Mandataire) Le 5 juillet 2005 (05/07/2005)		

Réservé à l'office récepteur	
1. Date effective de réception des pièces supposées constituer la demande internationale :	- 5 JUL 2005
3. Date effective de réception, rectifiée en raison de la réception ultérieure, mais dans les délais, de documents ou de dessins complémentaires ou qui est supposé constituer la demande internationale :	
4. Date de réception, dans les délais, des corrections demandées selon l'article 11.2) du PCT :	
5. Administration chargée de la recherche internationale (si plusieurs sont compétentes) : ISA /	6. ☐ Transmission de la copie de recherche différée jusqu'au paiement de la taxe de recherche

Réservé au Bureau international
Date de réception de l'exemplaire original par le Bureau international :

PCT

FEUILLE DE CALCUL DES TAXES

Annexe de la requête

Réservé à l'office récepteur

Demande internationale n° **05/01716**

- 5 JUIL, 2005

Timbre à date de l'office récepteur

Référence du dossier du
dépôt ou du mandataire

BR0139/PCT

Dépôt

COATEX S.A.S.

CALCUL DES TAXES PRIORITAIRES

1. TAXE DE TRANSMISSION **60,00** [T]

2. TAXE DE RECHERCHE **1 550,00** [S]

Recherche internationale à effectuer par **O.E.B.**
(Si plusieurs administrations chargées de la recherche internationale ont
compartimenté pour effectuer la recherche internationale, inscrire le nom de
celle qui est choisie pour l'effectuer.)

3. TAXE INTERNATIONALE DE DÉPÔT

Lorsque les points b) ou c) du cadre n° IX s'appliquent, reporter le sous-total des feuilles
Lorsque les points b) et c) du cadre n° IX ne s'appliquent pas, reporter le nombre total de feuilles }

☒ 30 premières feuilles **902,00** [ii]

☒ **14** x **10,00** = **140,00** [i]
nombre de feuilles
au-delà de 30
taux par feuille

☒ composants supplémentaires (seulement si le listing des séquences
ou les tableaux y relatifs sont déposés sous forme électronique en
vertu de l'instruction 801.a)), ou à la fois sous cette forme et sur
papier, en vertu de l'instruction 801.a)(i)) :

400 x = **0** [i]
taux par feuille

Additionner les montants portés dans les cadres
ii, i2 et i3 et inscrire le total dans le cadre I **1 042,00** [I]

(Les déposants de certains États ont droit à une réduction de 75 % de la taxe
internationale du dépôt. Lorsque le déposant a (ou tous les déposants ont) droit
à cette réduction, la somme devant figurer sous l'élément 25 % de la taxe
internationale du dépôt.)

4. TAXE AFFÉRENTE AU DOCUMENT DE PRIORITÉ (le cas échéant) **0** [P]

5. TOTAL DES TAXES DUES **2 652,00**

Additionner les montants portés dans les cadres T, S, I et P et inscrire
le résultat dans le cadre TOTAL

TOTAL

MODE DE PAIEMENT (Les offices récepteurs ne permettent pas tous l'utilisation de tous ces modes de paiement)

☒ autorisation de débiter un compte de dépôt (voir ci-dessous) ☐ mandat postal ☐ espèces ☐ coupons
☐ chèque ☐ traite bancaire ☐ timbres fiscaux ☐ autre (préciser) :

AUTORISATION DE DÉBITER (OU CRÉDITER) UN COMPTE DE DÉPÔT

(Les offices récepteurs ne permettent pas tous l'utilisation de ce mode de paiement)

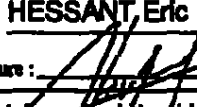
☒ Autorisation de débiter le total des taxes indiqué ci-dessus.
☒ (Cet état ne peut être coché que si les conditions relatives aux comptes
de dépôt établies par l'office récepteur le permettent) Autorisation de
débiter tout montant manquant - ou de créditer tout excédent - dans le
paiement du total des taxes indiqué ci-dessus.
☒ Autorisation de débiter le montant de la taxe afférente à l'établissement
du document de priorité.

Office récepteur : **RO** **I.N.P.I.**

N° du compte de dépôt : **SIR 343**

Date : **5 juillet 2005 (05/07/2005)**

Nom : **HESSANT, Eric (Le Mandataire)**

Signature : 

FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

1) SOLICITUD DE:			
☒ Patente de invención		☐ Patente de Modelo de Utilidad	
☒ Capítulo I.		☐ Capítulo II.	
2) SOLICITANTE (71)	Nombre: COATEX S.A.S. Dirección: 35, rue Ampère, , Z.I. Lyon Nord, F-69730 Genay, Francia Nacionalidad o domicilio: Genay, Francia Lugar de constitución: Francia		IDENTIFICACIÓN C.C. ☐ NIT: ☒ C.E. ☐ OTRO ☐ Cual _____ NÚMERO _____
	Teléfono: _____ Fax: _____ E. Mail: _____		
3) REPRESENTANTE O APODERADO	Nombre: DILIA MARÍA RODRÍGUEZ D'ALEMAN Dirección: Carrera 11 N°. 86-53 Piso 6 Bogotá D.C. Teléfono: 6181088 Fax: 6350824 E. Mail: info@clarkernodet.com.co		IDENTIFICACIÓN C.C. ☒ NIT: ☐ C.E. ☐ OTRO ☐ NÚMERO: 41.654.882 TP: 20824 CSJ
4) INVENTOR (ES) (72)	Nombre: 1. SUAUI, Jean-Marc; 2. RUHLMANN, Denis; 3. JACQUEMET, Christian; 4. MONGOIN, Jacques Dirección: 1. 60 chemin Perault, F-69480 Lucenay, Francia; 2. 307 Impasse des Griottes, Le Clos des Carliers, F-69730 Genay, Francia; 24, allée Henriette, F-69005 Lyon, Francia; 4. Enchuel, F-69650 Quincieux, Francia Nacionalidad o domicilio: Todos los anteriores, Franceses		
5) PCT (86)			
Solicitud Internacional No. PCT/FR2005/001716 Fecha: Julio 5, 2005			
Publicación Internacional No. WO2006/016037 A1 Fecha: Febrero 16, 2006			
6) Título (54) PROCESO DE MOLIENDA DE MATERIAS MINERALES EN PRESENCIA DE ESPESANTES SUSPENSIONES ACUOSAS OBTENIDAS Y SUS UTILIZACIONES			
7) Clasificación Internacional: B02C 23/18 (2006.1) C09C 3/04 (2006.1) C09D 7/14 (2006.1) C09D 1/00 C09J 11/04 (2006.1)			
8) PRIORIDAD	33) País de Origen	(32) Fecha	(31) Número de Solicitud
SI ☒ NO ☐	Francia	Julio 13, 2004	0407803
9) Comprobante de pago N°. 06-87,700 Fecha: Nov. 14, 2006			
Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario. Ver reverso de esta pagina			

REIVINDICACIONES

- 1 - Proceso de fabricación de una suspensión estable de materias minerales en el agua, caracterizado en que dichas materias minerales son molidas en presencia de espesantes.
- 5
- 2 - Proceso según la reivindicación 1 caracterizado en que las materias minerales son un pigmento y/o una carga mineral elegida entre el carbonato de calcio sintético o natural, las dolomías, el caolín, el talco, el yeso, la cal, la magnesia, el dióxido de titanio, el blanco satén, el trióxido de aluminio o incluso el trihidróxido de aluminio, la mica, los
- 10 óxidos de cinc y de hierro, el sulfato de bario y la mezcla de estas cargas entre ellas, como las mezclas talco-carbonato de calcio, carbonato de calcio-caolín, o incluso las mezclas de carbonato de calcio con el trihidróxido de aluminio o el trióxido de aluminio, o incluso las mezclas con fibras sintéticas o naturales o incluso las coestructuras de los minerales como las coestructuras talco-carbonato de calcio o talco-
- 15 dióxido de titanio, o sus mezclas.
- 3 - Proceso según la reivindicación 2 caracterizado en que las materias minerales son carbonato de calcio sintético o natural, dióxido de titanio, o sus mezclas.
- 20
- 4 - Proceso según la reivindicación 3 caracterizado en que las materias minerales son un carbonato de calcio sintético o un carbonato de calcio natural elegido entre el mármol, la calcita, la creta o sus mezclas.
- 5 - Proceso según una de las reivindicaciones 1 a 4 caracterizado en que los espesantes
- 25 son elegidos entre los espesantes naturales, y en particular elegidos entre las gomas naturales, los CMC (Carboximetilcelulosas) y los HEC (Hidroxietilcelulosas), o elegidos entre los espesantes sintéticos, y en particular elegidos entre las gomas sintéticas, los espesantes acrílicos de tipo HASE (Emulsiones modificadas hidrofobicamente y espesantes en medio alcalino o hydrophobically modified Alkali-
- 30 swellable Emulsions) o ASE (Emulsiones espesantes en medio alcalino o Alkali Soluble Emulsions), poliuretanos, poliéteres, poliésteres o a base de PVP (polivinilpirrolidona).

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

**REQUISITOS MINIMOS PARA ADMISION A TRAMITE
PCT**

PATENTE DE INVENCION

☒

MODELO DE UTILIDAD ☐

- ◆ Indicación de que se solicita la concesión de una patente ☒
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que 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 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 un Esquema de Trazado ☐
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud ☐
- ◆ Representación gráfica del esquema trazado ☐
- ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas ☐

COMPLETA ☐

INCOMPLETA ☐

Firma Responsable

Fecha

Carrera 13 No. 27-00 Piso 5, 7 y 10
Conmutador: 3 82 08 40
Fax: 350 52 20
E-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia

102

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
RODRIGUEZ DILIA MARIA

REFERENCIA	Radicación No.	6 128713
	Solicitud internacional	PCT/FR2005/001716
	Fecha inicio fase nacional	13/02/2007
	Trámite	11
	Evento	378
	Actuación	430
	Oficio No.	1922

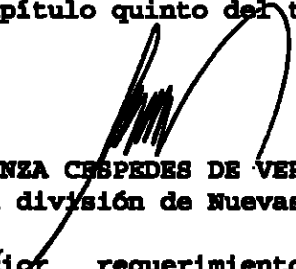
Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

1. La solicitud no contiene la copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente del inventor al solicitante o a su causante. (Art. 26-k) Decisión 486.

2. La solicitud no contiene el poder debidamente otorgado, con el lleno de los requisitos exigidos por los artículos 63 y subsiguientes del Código de Procedimiento Civil. Adicionalmente, deberá presentar el documento que acredita la existencia y representación legal de la sociedad solicitante, cuando ésta fuere persona jurídica.

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única No.10 de 2001.


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

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha 09-FEB. 2007 a lerazo

893