

PETITO



No. 07-076851- -00000-0000

Fecha: 2007-07-27 14:41:33 Dep. 2020 NUECREACIONES
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 379 FASENACIONALII
Act. 411 PRESENTACION Folios: 83



FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

1) SOLICITUD DE:			
☒ Patente de invención		☐ Patente de Modelo de Utilidad	
☐ Capítulo I. <i>ver folio</i>		☒ Capítulo II.	
2) SOLICITANTE (71)	Nombre: ARCHER-DANIELS-MIDLAND COMPANY		IDENTIFICACIÓN C.C. ☐ NIT: ☐ C.E. ☐ OTRO ☐ Cual _____ NÚMERO _____
	Dirección: 4666 Faries Parkway Decatur, Illinois 65526 USA Nacionalidad o domicilio: Decatur, Illinois, USA Lugar de constitución: Illinois, USA		
	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@clarkemodet.com.co		IDENTIFICACIÓN C.C. ☒ NIT: ☐ C.E. ☐ OTRO ☐ NÚMERO: 41.654.882 TP: 20824 CSJ
4) INVENTOR (ES) (72)	Nombre: 1. CHEVIGNY Stéphane Dirección: 1. 121 Félix-Mesnard, Varennes, Québec J3X 1L4, Canadá Nacionalidad o Domicilio: Québec, Canadá		
5) PCT (86) Solicitud Internacional No. PCT/CA2006/000048 Fecha: ENERO 13, 2006 Publicación Internacional No. Wo2006/074556 A1 Fecha: Julio 20, 2006			
6) Título (54) PROCESO PARA LA REDUCCION DEL TAMAÑO DE PARTICULAS DE POLISACÁRIDOS COMO CRISTALES			
7) Clasificación Internacional: B02C 4/02 B01J 20/22			
8) PRIORIDAD	33) País de Origen	(32) Fecha	(31) Número de Solicitud
SI ☒ NO ☐	Canadá	Enero 13, 2005	2,492,884 11/813,741
9) Comprobante de pago N°.			
Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario. Ver reverso de esta pagina			

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 07-076851- -00000-0000

Fecha: 2007-07-27 14:41:33 Dep. 2020 NUECREACIONES
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 379 FASENACIONALII
Act. 411 PRESENTACION Folios: 83

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176007-2

RECIBO OFICIAL DE CASH : 07 - 55,692
FECHA : JULIO 10 DE 2007

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	Nº. PAGO	FECHA PGO	Vº. PAGO
CLARKE MOYET Y CO. COLOMBIA	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	55070211	10/07/2007	12,412,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT. CONTABILITICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	
	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	482,000.00
	TOTAL :	482,000.00

CON: CUATROCIENTOS OCHENTA Y DOS MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CASH APLICADO AL EXPEDIENTE Nº. _____

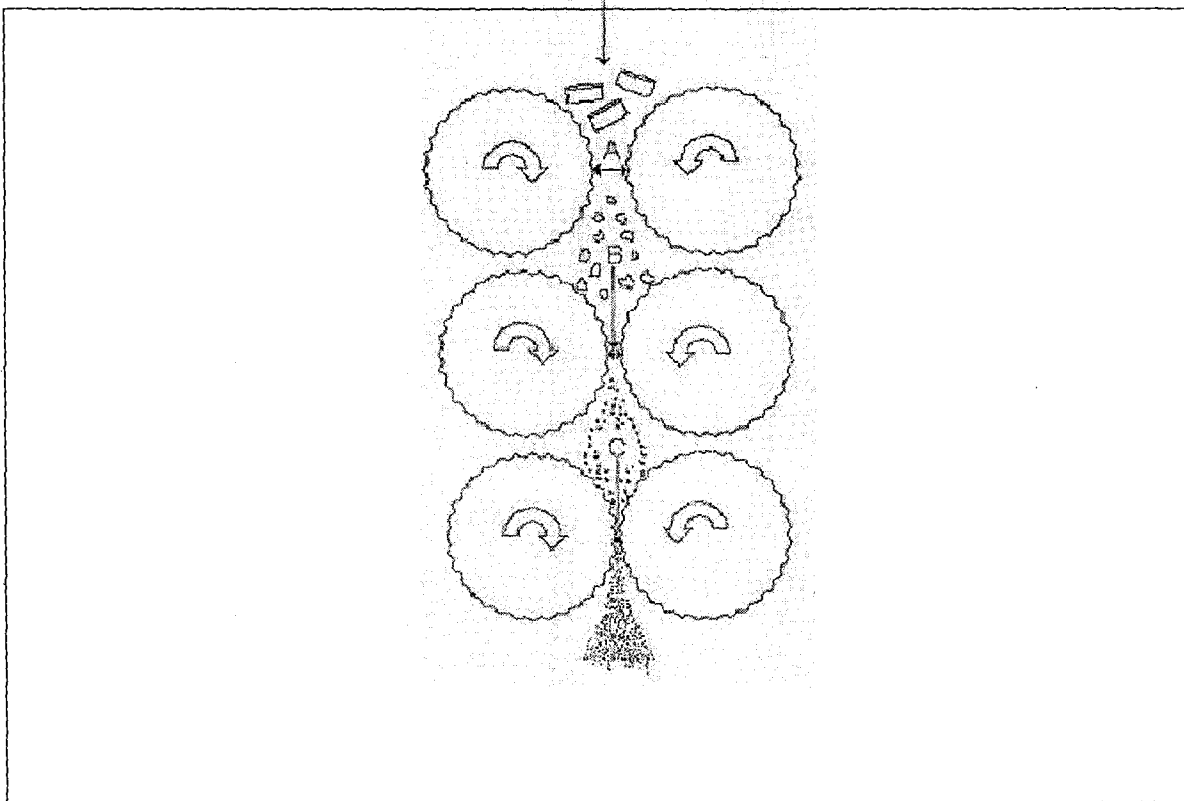
2

10)

ANEXOS

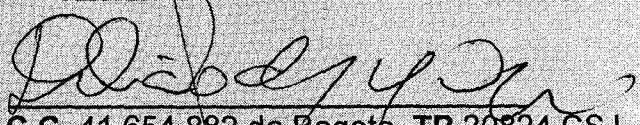
- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud
- ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad
- ☐ Documento que acredite la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona Jurídica
- ☒ Poderes, si fuera el caso
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante 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. notificación cambio del solicitante
 3. Opinión escrita

11) FIGURA CARACTERÍSTICA:



12) Solicitud concesión de la patente,

NOMBRE: DILIA RODRÍGUEZ D'ALEMAN

FIRMA: 

C.C. 41.654.882 de Bogotá TP 20824 CSJ

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario. Ver reverso de esta pagina

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
20 July 2006 (20.07.2006)

PCT

(10) International Publication Number
WO 2006/074556 A1

(51) International Patent Classification:
B02C 4/02 (2006.01) B01J 20/22 (2006.01)

(21) International Application Number:
PCT/CA2006/000048

(22) International Filing Date: 13 January 2006 (13.01.2006)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
2,492,884 13 January 2005 (13.01.2005) CA

(71) Applicant (for all designated States except US): **LE GROUPE LYSAC INC.** [CA/CA]; 75, J.-Armand Bombardier, Boucherville, Québec J4B 8P1 (CA).

(72) Inventor; and

(75) Inventor/Applicant (for US only): **CHEVIGNY, Stéphane** [CA/CA]; 121 Félix-Mesnard, Varennes, Québec J3X 1L4 (CA).

(74) Agent: **FORGET, Janique**; BCF LLP, 1100 René-Lévesque Blvd. West, 25th Floor, Montréal, Québec H3B 5C9 (CA).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM, AT, AU, 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, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, 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) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, 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, TG).

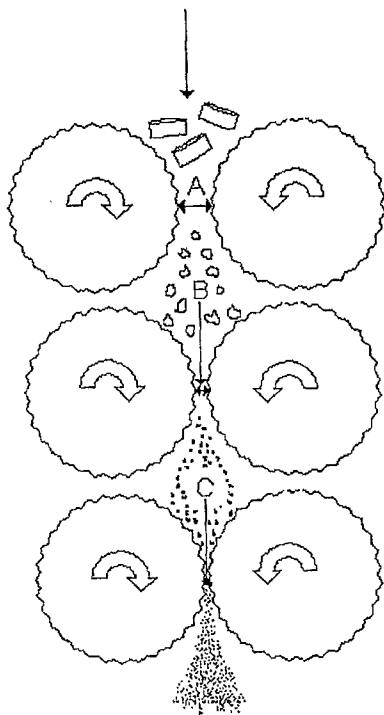
Published:

— with international search report

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

(54) Title: PROCESS FOR PARTICLE SIZE REDUCTION OF GLASS-LIKE POLYSACCHARIDES

(57) Abstract: The present invention relates to process for reducing the particle size of glass-like polysaccharides. The process efficiently reduces the particle size of glass-like polysaccharide selected from the group consisting of glass-like polysaccharides having a moisture content from 0% to about 13% and glassy state glass-like polysaccharides. The process comprises the use of a roller mill having at least three pairs of successive rollers.



WO 2006/074556 A1

-1-

TITLE OF THE INVENTION

PROCESS FOR PARTICLE SIZE REDUCTION OF
GLASS-LIKE POLYSACCHARIDES

FIELD OF THE INVENTION

5 The present invention relates to a process for reducing
the particle size of glass-like polysaccharides.

BACKGROUND OF THE INVENTION

10 Glass-like polysaccharides are a special class of
physically modified polysaccharides. Unlike their native, crystalline
counterpart, glass-like polysaccharides are amorphous and have glass-like
characteristics. Glass-like polysaccharides do not possess an organized
crystalline pattern, making them more suitable as absorbent materials.
Glass-like polysaccharides have found use in a variety of applications.

15 Glass-like polysaccharides have been described as being
useful in a variety of food related applications. More specifically, they have
been used to encapsulate organoleptic additives (Carrell, P. K. US P
3,706,598; Spratt *et al.* CA 1,319,045; Sair *et al.* US P 4,232,047; Galluzzi
et al. US P 3,922,354; Saleeb *et al.* US P 5,972,395, US P 4,820,534, US
P 4,532,145; Levine *et al.* US P 5,009,900; Fulger *et al.* US P 5,958,502;
20 Franke *et al.* US P 5,846,580; Willibald-Ettle *et al.* US P 6,582,753, US P
6,248,386).

25 Glass-like polysaccharides may sometimes comprise
occluded moisture. This occluded moisture has an effect on the hardness
and the brittleness of the glass-like polysaccharides, rendering them less
abrasive and making them very suitable as gentle abrasive grits (Lane *et al.*
US P 5,066,335, US P 5,360,903, US P 5,367,068; Koutlakis *et al.*
US P 6,159,257, US App. 2004/157532; Drake *et al.* US P 6,726,536, US
App. 2004/121,707).

-2-

Glass-like polysaccharides have also been described as water absorbent materials (Huppé *et al.* CA 2,308,537; Thibodeau *et al.* CA 2,462,053; Berrada *et al.* CA 2,483,049; Drake *et al.* US App. 2004/244,652).

5 In the above-cited applications, the glass-like polysaccharides are ground to obtain a particulate form. Several useful techniques for particle size reduction have been described by Richard *et al.* (*Perry's Chemical Engineers' Handbook*, 7th ed., Perry *et al.*, 1997, McGraw-Hill, s. 20, p. 1-56). Moreover, Richard *et al.* classified crushing
10 and grinding equipment in 11 classes: Jaw crushers, Gyratory crushers, Heavy-duty impact mills, Roll mills, Dry pans and chaser mills, Shredders, Rotary cutters and dicers, Media mills, Medium peripheral-speed mills, High peripheral-speed mills and Fluid-energy superfine mills.

The use of heavy-duty impact mills and among them
15 hammer mills, for grinding glass-like polysaccharides for abrasive grits or absorbent materials, has been previously described. However, the use of such heavy-duty impact mills generally results in a very broad particle size distribution having a high content in fine and large particles. Large particles generally exceed the average particle size of the glass-like
20 polysaccharide by more than about 350 µm. Fine particles generally have a particle size about 350 µm less than the average particle size of the glass-like polysaccharide. For applications in the absorbent industry, the desired average particle size is about 500 µm. Hence, within the context of the absorbent industry, large particles are defined as being in excess of
25 about 850 µm and fine particles are defined as being less than about 150 µm.

Fine particles are generally unwanted, causing dusting and particle size migration problems. Moreover, a narrow particle size distribution is often preferred for some applications, such as water
30 absorption. Fine particles are known to create gel blocking problems, as

-3-

reported by Berg *et al.* (US P 5,300,565). Moreover, fine particles tend to adhere to movable parts of various industrial process equipments, especially greased parts. Such adhesion will create a crust which may eventually lead to equipment damage. Additionally, fine particles are also
5 more prone to generate airborne dusts which may become a serious occupational health concern. Finally, airborne dusts, especially in the case of polysaccharides or grains, could cause explosions and fires.

Larger particles are generally not suitable in applications comprising thin hygiene products such as sanitary napkins or airlaids.
10 Moreover, larger particles will tend to only slowly absorb fluids such as water and will cause pinholes in hygiene products.

To solve the problems inherent to fine or large particles, the ground glass-like polysaccharides could be sieved. However, the sieving operation will lead to lost product fractions that will need to be
15 discarded. Moreover, the sieving of glass-like polysaccharide fine particles is a difficult operation at best, in view of their very irregular geometry. This irregular geometry often results in clogging of the sieves, especially by the fine particles.

The use of roller mills for reducing the particle size of
20 glass-like polysaccharides is also known in the art. Roller mills compress the glass-like polysaccharide particles, leading to a "stress" build-up, which will result in the bursting of the particles between rollers. This type of size reduction is very aggressive. In order to reduce the aggressiveness of the process and thus the fine particle content, the use of multiple pairs of
25 successive rollers has been described for the grinding of cereal based products or foods (Taylor, T. US P 453,364; Brunner, H. FR 415230, Johnston, G. US P 1,396,712; Noll *et al.* US P 2,986,348; Huessy, E. G. US P 3,895,121; Sartori, R. FR 1,296,235; Livrieri, F. EP 0949003; Standing, C. N. US P 3,933,086; Boczewski, M. P. US P 4,220,287; Rusch
30 *et al.* US P 4,225,093; Bielskis *et al.* US P 4,859,484; Gemsjager, H. US P

-4-

5,031,845; Baltensperger *et al.* WO 89/03245 A1; Wellman, W. US P 5,089,282, US P 5,104,671, US P 5,141,764, US P 5,186,968, US P 5,194,287, US P 5,211,982; Salem *et al.* US P 6,098,905; Curran, S. P. US P 5,192,028; Leusner *et al.* US P 6,887,509; Giguere, R. J. US P 5,250,313; Hellweg *et al.* US App. 2005/153,044; Morgan, K. R. WO 05/002343; and Weaver, W. R. US App. 2005/160,996).

The use of roll mills for grinding glass-like polysaccharides has been described by Sair *et al.* (US P 4,232,047). However, Sair *et al.* describe the use of only one pair of rollers, which, as mentioned before, is a very aggressive treatment. Moreover, Sair *et al.* are silent with respect to the moisture content of the glass-like polysaccharides, which plays a critical role for a highly effective size reduction treatment. The moisture content is also a critical feature of absorbent glass-like polysaccharides, as moisture will have a direct impact on the absorbent properties. It is well known in the relevant art that products having high moisture contents will show reduced absorbency.

There thus remains a need for a process for the efficient particle size reduction of glass-like polysaccharides.

The present invention seeks to meet these and other needs.

The present invention refers to a number of documents, the content of which is herein incorporated by reference in their entirety.

SUMMARY OF THE INVENTION

The present invention relates to a novel process for reducing the particle size of glass-like polysaccharides. The present invention also relates to particulate materials obtained by such a process, as well as to compositions comprising such particulate materials. More specifically, the present invention relates to a process for reducing the particle size of glass-like polysaccharides, producing less fine and/or large particles (*i.e.* narrower particle size distribution). The process of the present invention can be conveniently employed for reducing the particle size of glass-like polysaccharides for use in the absorbent industry. The process of the present invention offers the additional advantages of being both cost and energy efficient.

In an embodiment, the present invention relates to a process for reducing the particle size of glass-like polysaccharides selected from the group consisting of glass-like polysaccharides having a moisture content ranging from 0% to about 13% and glass-like polysaccharides being in a glassy state. The process comprises successively submitting the glass-like polysaccharide to the particle size reducing action of at least three pairs of successive rollers.

In an embodiment, the present invention relates to a process for reducing the particle size of glass-like polysaccharides selected from the group consisting of glass-like polysaccharides having a moisture content ranging from 0% to about 13% and glass-like polysaccharides being in a glassy state, wherein the glass-like polysaccharides comprise starch. The process comprises successively submitting the glass-like polysaccharide to the particle size reducing action of at least three pairs of successive rollers.

In an embodiment, the present invention relates to absorbent compositions comprising particles of reduced size of glass-like polysaccharides selected from the group consisting of glass-like

9

a

-6-

polysaccharides having a moisture content ranging from 0% to about 13% and glass-like polysaccharides being in a glassy state.

Other objects, features and advantages of the present invention will become apparent from the following detailed description. It should be understood, however, that the detailed description and the specific examples, while indicating illustrative embodiments of the invention, are given by way of illustration only, since various changes and modifications within the spirit and scope of the invention will become apparent to those skilled in the art from this detailed description.

10 **BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS**

Having thus generally described the invention, reference will now be made to the accompanying drawings, showing by way of illustration a preferred embodiment thereof, and in which:

15 **FIG. 1:** FIG. 1 illustrates a side elevational view of three successive pairs of rollers, according to an embodiment of the present invention.

FIG. 2: FIG. 2 shows a scanning electron micrograph of a glass-like polysaccharide, according to an embodiment of the present invention.

20 **FIG. 3:** FIG. 3 illustrates a side a side elevational view of a roller tooth having a "wave" shape, according to an embodiment of the present invention.

FIG. 4: FIG. 4 illustrates a perspective view of a roller according to an embodiment of the present invention.

25 **DETAILED DESCRIPTION OF ILLUSTRATIVE EMBODIMENTS**

In order to provide a clear and consistent understanding of the terms used in the present specification, a number of definitions are

10

-7-

provided below. Moreover, the present description refers to a number of routinely used chemical and technical terms; definitions of selected terms are provided for clarity and consistency.

The use of the word "a" or "an" when used in conjunction
5 with the term "comprising" in the claims and/or the specification may mean "one", but it is also consistent with the meaning of "one or more", "at least one", and "one or more than one". Similarly, the word "another" may mean at least a second or more.

As used in this specification and claim(s), the words
10 "comprising" (and any form of comprising, such as "comprise" and "comprises"), "having" (and any form of having, such as "have" and "has"), "including" (and any form of including, such as "include" and "includes") or "containing" (and any form of containing, such as "contain" and "contains"), are inclusive or open-ended and do not exclude additional, unrecited
15 elements or method steps.

The term "about" is used to indicate that a value includes an inherent variation of error for the device or the method being employed to determine the value.

As used herein, the term "glass-like polysaccharide"
20 refers to a polysaccharide which is substantially a uniform amorphous solid. Glass-like polysaccharides are commonly prepared by the rapid cooling of molten polysaccharides. Rapid cooling reduces the polysaccharide's mobility, preventing the polysaccharide chains from packing into a more thermodynamically favorable crystalline state. Glass-
25 like polysaccharides are often designated as "self-entangled" polysaccharides, such as reported by Thibodeau *et al.* (CA 2,462,053) or Berrada *et al.* (CA 2,483,049). Moreover, glass-like polysaccharides are characterized as having a broken glass-like shape. A non-limiting example of such a glass-like shape is illustrated in Figure 2. It should be
30 understood that the definition of glass-like polysaccharides comprises

-8-

agglomerates, (*i.e.* inorganic-polysaccharide agglomerates) and polysaccharide nanocomposites (Berrada *et al.* CA 2,483,049), all of which comprise a glass-like polysaccharide component of at least 50%.

As used herein, the term "glassy state" refers to a sub-
5 state of matter of glassy materials, particularly polymeric materials. In a glassy state, the polysaccharide chains are relatively strongly associated with each other, without however having a crystalline pattern. When in a glassy state, the polysaccharides are more brittle and harder.

As used herein, the term "rubbery state" refers to a sub-
10 state of matter of glassy materials, particularly polymeric materials. In a rubbery state, the electrostatic interaction (non-limiting examples of which include H-bonding and ionic bonding) between the polysaccharide chains are weaker, allowing for more mobility of the polymeric chains. This additional freedom of motion makes "rubbery" glass-like polysaccharides
15 more resilient to stress or more ductile under an applied pressure.

As used herein, the term "molten polysaccharides" refers to polysaccharides for which a sufficient amount of heat and water has been provided to rupture their crystalline pattern. A synonymous term, *i.e.* "gelatinised", is often used when referring to starch.

As used herein, the term "polysaccharide" refers to
20 polymers having a backbone comprising monosaccharide repeating units and/or derivatized monosaccharide repeating units, wherein such repeating units make-up at least 90% of the polymers. Non-limiting examples include starches, modified starches, amylopectin, modified amylopectin, amylose,
25 modified amylose, chitosan, chitin, guar gum, modified guar gum, locust bean gum, tara gum, konjac gum, konjac flour, fenugreek gum, mesquite gum, aloe mannans, cellulose, modified cellulose (representative examples include carboxyalkylated cellulose and carboxymethyl cellulose), oxidized polysaccharides, sulfated polysaccharides, cationic polysaccharides
30 (representative examples include chitosan, quaternary ammonium

-9-

derivatives of polysaccharides and guanidinated polysaccharides such as described by Berrada, M. CA 2,519,417), pectin, arabic gum, karaya gum, xanthan, kappa, iota or lambda carrageenans, agar-agar, alginates and mixtures thereof.

5 As used herein, the term "monosaccharide unit" refers to cyclic C₅-C₆ aldoses or ketoses. Non limiting examples of C₅-C₆ aldoses include allose, altrose, glucose, mannose, gulose, idose, galactose, talose, ribose, arabinose, xylose, and lyxose. Non limiting examples of C₅-C₆ ketoses include ribulose, xylulose, fructose, sorbose and tagatose.

10 As used herein, the term "monosaccharide derivatives" refers to any chemically or enzymatically modified monosaccharide unit.

As used herein, the term "moisture content" refers to the amount of water (% w/w) contained in a solid.

15 As used herein, the term "ambient temperature" refers to temperatures ranging from about 15 to about 40°C.

As used herein, the term "roller" refers to cylinders rotating along their longitudinal axis.

20 As used herein, the term "pair of rollers" refers to 2 counter rotating, substantially parallel rollers, positioned in close proximity to each other.

As used herein, the term "gap nip" refers to the spacing between a pair of rollers. In order to be effective, the gap nip should be smaller than the particles to be reduced in size.

25 As used herein, the term "gap nip aggressiveness" refers to the gap nip ratio between two pairs of successive rollers. The "gap nip aggressiveness" can be defined by the following equation:

$$\frac{\text{Gapnip}_1}{\text{Gapnip}_2} = \text{aggressivenessratio}$$

13

13

-10-

As illustrated by the drawing in Figure 1, a first "gap nip aggressiveness ratio" is obtained by dividing "gap nip A" by "gap nip B". A second "gap nip aggressiveness ratio" is obtained by dividing "gap nip B" by "gap nip C". Higher aggressiveness ratios (*i.e.* higher numerical values) are indicative of more particles of glass-like polysaccharides being stressed. However, if the exerted stress is excessive (*i.e.* an aggressiveness ratio of about 2 or more), an excessive bursting of the particles will occur, generating a larger content of fine particles.

As used herein, the term "successive pairs of rollers" refers to a series of pairs of rollers, each pair having a reducing impact on the size of the glass-like polysaccharide particles. A series of three successive pairs of rollers is illustrated in Figure 1.

As used herein, the term "Fine" or "Fine particle" refers to small particles. The size of fine particles can be calculated by subtracting 350 μm from the desired average particle size. For applications in the absorbent industry, a desired average particle size is about 500 μm ; the fine would thus have a particle size of about 150 μm or less.

As used herein, the term "Large" or "Large particle" refers to big particles. The size of large particles can be calculated by adding 350 μm to the desired average particle. For applications in the absorbent industry, a desired average particle size is about 500 μm ; the large particles would thus have a particle size of about 850 μm or more.

As used herein, the term "Free Swell Capacity" (FSC), also called "Total Absorption", refers to the amount (g) of fluid absorbed per gram of the composition. Typical fluids are saline solutions (0.9% Weight/Weight NaCl solution, hereinafter called 0.9% NaCl solution or saline).

As used herein, the term "Centrifuge Retention Capacity" (CRC) also called "Retention", refers to the amount (g) of fluid retained per

-11-

gram of the composition, following exposure of the composition to a centrifugation force of 250G. Typical fluids are saline solutions (0.9% Weight/Weight NaCl solution, hereinafter called 0.9% NaCl solution or saline).

5 In a broad sense, the present invention relates to a novel process for reducing the particle size of glass-like polysaccharides. In an embodiment of the present invention, the particle size of the glass-like polysaccharides is reduced by the action of at least three pairs of successive rollers. In a further embodiment of the present invention, the
10 glass-like polysaccharides have a moisture content ranging from 0% to about 13%. In a further embodiment of the present invention, the glass-like polysaccharides are in a glassy state.

Following the reduction process, reduced glass-like polysaccharide particles are obtained. The reduction process minimizes
15 the formation of fine and/or large particles. In an embodiment of the present invention, the process for reducing the particle size of glass-like polysaccharides generates particles exhibiting a narrow particle size distribution. In a further embodiment, the reduction process of the present invention generates reduced particles having a fine particle content of less
20 than about 5% and a large particle content of less than about 5%. In yet a further embodiment, the reduction process of the present invention generates reduced particles having a fine particle content of less than about 2% and a large particle content of less than about 2%.

Glass-like polysaccharides, due to their physical
25 characteristics, constitute a special class of polysaccharides. Glass-like polysaccharides can be in a glassy state or in a rubbery state. It was unexpectedly discovered that when at ambient temperature and depending on the moisture content, glass-like polysaccharides will fracture according to different mechanisms.

30 Rubbery glass-like polysaccharides are glass-like

-12-

polysaccharides having high moisture contents and tend to have plastic-like and rubber-like characteristics. Such glass-like polysaccharides will be more prone to deform under an applied pressure and will rather fracture than burst. Moreover, the high moisture content inherent to these rubbery

5 glass-like polysaccharides imparts elasticity and ductility to the particles, making their reduction using roller mills substantially ineffective. Elasticity and ductility allow for the polysaccharide to absorb energy when submitted to the action of rollers. More energy will thus be required to properly fracture the particles. The energy absorption will rapidly increase the

10 temperature of the polysaccharide which will tend to stick to industrial equipment. Moreover, high temperature polysaccharide dusts are flammable.

Glass-like polysaccharides in a glassy state are characterized by lower moisture contents and tend to be more brittle and

15 harder. Such glass-like polysaccharides will burst rather than fracture under an applied stress such as shear and pressure, making them very suitable for size reduction using roller mills. In an embodiment of the present invention, such glass-like polysaccharides have a moisture content ranging from 0% to about 13%. In a further embodiment of the present

20 invention, such glass-like polysaccharides have a moisture content ranging from about 7% to about 9%.

It is within the capacity of a skilled technician that lowering the temperature of glass-like materials will slow the mobility of the individual polymeric chains making up the glass-like materials. This will

25 make the material glassier, rendering it more prone to the action of roller mills. Higher temperatures, however, will soften the glass-like materials rendering them less suitable for use in roller mills.

In a roller mill, a pair of counter rotating rollers is spaced-apart defining a space called "gap nip". This spacing is preferably

30 adjustable in order to control the stress applied on the particles to be

-13-

reduced. As can be observed from Figure 1, the particles to be reduced are successively conveyed into the gap nip spacing A, B and C, in which they are stressed by the pressure exerted by the rollers. To be effective, the gap nip must be smaller than the size of the particles to be reduced.

- 5 Depending on the roller mill configuration, several pairs of successive rollers may be present.

In an embodiment of the present invention, the pair of rollers is counter rotating at different speeds. This will result in the particles being exposed to shear stresses, resulting in an efficient size reduction. In an embodiment, the rollers are equipped with corrugated teeth, located along the outer surface of the rollers. The teeth will secure the particles entering the gap nip and will impact the particles therein. In an embodiment of the present invention, and as illustrated in Figure 3, the teeth have a wave-like shape. The concave side of the wave should point at the glass-like polysaccharide particles to be reduced, providing for the particles to be guided into the gap nip. In a further embodiment of the present invention, the corrugated teeth are linear, spanning the length of the roller, either substantially parallel to the axis of the roller or offset therefrom.

- 20 An adequate adjustment of the gap nip(s) is important if an efficient particle size reduction is to be achieved. Indeed, the successive gap nips should be progressively reduced. An excessive gap nip difference between two successive pairs of rollers results in an excessively high aggressiveness ratio. Such a high ratio will result in excessive bursting of the glass-like polysaccharide particles, generating unwanted amounts of fine particles. In an embodiment of the present invention, the gap nip aggressiveness ratio ranges from about 1.0 to about 2.0. In a further embodiment, the gap nip aggressiveness ratio ranges from about 1.2 to about 1.8.

-14-

In an embodiment of the present invention, the glass-like polysaccharide particles are subjected to the reducing action of at least three pairs of successive rollers. The use of an increased number of successive rollers, allows for the aggressiveness ratio between two successive pairs of rollers to be more gradually reduced. However, it is within the capacity of a skilled technician to determine the number of successive pairs of rollers to be used, as well as determining adequate gap nip settings, in order obtain a desired particle size distribution.

The reduced glass-like polysaccharide particles of the present invention exhibit a narrow particle size distribution. However, sieves may still be used to further narrow the particle size distribution. Moreover, a dust cleaner may be used in proximity to the rollers in order to remove any airborne particles. The use of such dust cleaners further narrows the particle size distribution.

The glass-like polysaccharides to be used in the process of the present invention may be obtained from a variety of sources. Non-limiting examples include starches, modified starches, amylopectin, modified amylopectin, amylose, modified amylose, chitosan, chitin, guar gum, modified guar gum, locust bean gum, tara gum, konjac gum, konjac flour, fenugreek gum, mesquite gum, aloe mannans, cellulose, modified cellulose (representative examples include carboxyalkylated cellulose and carboxymethyl cellulose), oxidized polysaccharides, sulfated polysaccharides, cationic polysaccharides, pectin, arabic gum, karaya gum, xanthan, kappa, iota or lambda carrageenans, agar-agar and alginates. Non-limiting examples of mannose-based polysaccharides include guar gum, tara gum, locust bean gum, konjac gum, mesquite gum, and fenugreek extracts. Further non-limiting examples include cross-linked polysaccharides such as those described by Couture *et al.* (CA 2,362,006); mixtures of polysaccharides such as those described by Bergeron, D. (CA 2,426,478); chemically derivatized polysaccharides such as those

-15-

described by Berrada, M. (CA 2,519,417); and polysaccharides-inorganic agglomerates, and polysaccharides nanocomposites such as those described by Berrada *et al.* CA 2,483,049.

In an embodiment of the present invention, the glass-like
5 polysaccharide is starch. Non-limiting example of starches include corn, waxy corn, wheat, waxy wheat, rice, waxy rice, potato, cassava, waxy maize, sorghum, waxy sorghum, sago, buckwheat, beans, peas, rye, barley, and amaranth.

Glass-like polysaccharides are usually obtained through
10 extrusion processes. The glass-like extrudates are usually cut into pellets, such as those described in US P 5,066,335 (Lane *et al.*). In an embodiment of the present invention, the diameter of the pellets ranges from about 2 mm to about 8 mm.

The reduced glass-like polysaccharide particles of the
15 present invention can be employed in a variety of applications such as in disposable sanitary products (*i.e.* diapers, incontinence articles, feminine hygiene products, and absorbent dressings), airlaids, household articles, sealing materials, humectants (*i.e.* agricultural products for soil conditioning), mining and oil drilling, anti-condensation coatings, water-
20 storing materials (agriculture/horticulture/forestry), absorbent paper products, surgical absorbents, pet litter, bandages, wound dressings, chemical absorbents, polymeric gels for cosmetics and pharmaceuticals, artificial snow, in fire-fighting techniques, and in applications related to the transportation of fresh food or seafood, as well as in food packaging
25 applications. Moreover, the reduced glass-like polysaccharide particles of the present invention can be employed to absorb a variety of liquids, non-limiting examples of which include physiological fluids, saline solutions, water and aqueous solutions.

The reduced glass-like polysaccharide particles of the
30 present invention can be mixed with other co-absorbent materials. In an

-16-

embodiment of the present invention, the compositions comprise from about 1 to about 99% (w/w) of reduced size glass-like polysaccharides, and from about 99 to about 1% (w/w) of co-absorbent material. Non-limiting examples of co-absorbent materials include synthetic
5 superabsorbent polymers, mannose-based polysaccharides, ionic polysaccharides, fibers and mixtures thereof.

In an embodiment of the present invention, absorbent compositions are prepared by mixing the reduced size glass-like polysaccharide particles with ionic polysaccharides, either cationic or
10 anionic polysaccharides, or mixtures thereof. In a further embodiment, absorbent compositions are prepared by mixing the reduced size glass-like polysaccharide particles with one or more anionic polysaccharides.

Non-limiting examples of anionic polysaccharides include carboxyalkyl polysaccharides, carboxymethyl cellulose, carboxymethyl
15 starch, oxidized polysaccharides, xanthan, carrageenans, pectin and mixtures thereof.

Non-limiting examples of fibers include cellulose, viscose, rayon, cellulose acetate, NylonTM, polyalkylenes, polyethylene, polypropylene, bi-component fibers, polyesters, polylactides,
20 polypropanediols, LyocellTM, sphagnum and mixtures thereof.

Non-limiting examples of mannose based polysaccharides include guar, tara, locust bean, konjac, fenugreek extracts, mesquite extracts, aloe mannans and mixtures thereof.

The co-absorbent synthetic superabsorbent polymers
25 can generally be obtained via the polymerization of monomers, non-limiting examples of which include acrylic acid, acrylate salts, acrylic ester, acrylic anhydride, methacrylic acid, methacrylate salts, methacrylic esters, methacrylic anhydride, maleic anhydride, maleic salts, maleate esters,

-17-

acrylamide, acrylonitrile, vinyl alcohol, vinyl pyrrolidone, vinyl acetate, vinyl guanidine, aspartic acid, aspartic salts and mixtures thereof.

EXPERIMENTAL

Materials

- 5 Glass-like grade A wheat starch pellets having a diameter ranging from about 2 mm to about 8 mm and having a moisture content of 10 %, were obtained from Archer Daniels Midland®, (Decatur, USA, Division Candiatic, Canada). Glass-like corn starch pellets having a diameter ranging from about 2 mm to about 8 mm and having a moisture content of 8 %, were
10 obtained from Groupe Lysac Inc. ® (Boucherville, Canada).

Triple pair roller mill

- The glass-like polysaccharide particles were reduced using a Gran-U-Lizer™ 1052 TP grinder from Modern Processing Equipment (Chicago, USA). The grinder was equipped with three (3) pairs of rollers.
15 The rollers, made from centrifugally cast dual metal chilled iron, had a diameter of 10 inches and were 52 inches in length. Moreover, the rollers were corrugated with wave-like teeth. The rollers were pneumatically controlled, permitting a variable gap nip adjustment. All pairs of rollers were asynchronous, i.e. rotating at a different pace. The first pair of rollers rotated
20 at speeds of 478 rpm and 1160 rpm respectively. The second pair of rollers rotated at speeds of 512 rpm and 1160 rpm respectively. The third pair of rollers rotated at speeds of 614 rpm and 1160 rpm respectively. A 25 HP motor powered each pair of rollers. The grinder was fed using a 1052 PF roller feeder (1 HP), with variable motor speed drive, from Modern
25 Processing Equipment (Chicago, USA).

-18-

Siever

Samples were sieved for a period of about 10 minutes using a Tyler Ro-Tap™ test sieve shaker rotating at 1725 rpm. Samples were sieved with sieves having openings of 20, 30, 60 and 100 Tyler mesh.

5 Test methods

As discussed in Modern Superabsorbent Polymer Technology (Buchholz, F.L. and Graham, A.T. Eds., Wiley-VCH, New York, 1998, section 4.6.1. Swelling Capacity: Theory and Practice, p. 147), several measurement methods are used in order to characterize the swelling capacity of a polymer. In the field of superabsorbents, the Gravimetric Swelling Capacity [also called the Free Swell Capacity (FSC)] and the Centrifuge Capacity [also called the Centrifuge Retention Capacity (CRC)] are recommended methods. The FSC and the CRC were used to compare the swelling capacities of the obtained absorbent products.

15 Tea bags for FSC and CRC measurements

Tea bags (10 X 10 cm) were made from heat sealable Ahlstrom™ filter paper ($16.5 \pm 0.5 \text{ g/m}^2$).

FSC measurements

The Free Swell Capacity (FSC) in a 0.9% NaCl solution was determined according to the recommended test method 440.2-02 from EDANA.

CRC measurements

The Centrifuge Retention Capacity (CRC) in a 0.9% NaCl solution was determined according to the recommended test method 441.2-02 from EDANA.

EXAMPLES

Example 1: Wheat starch

The gap nip for the first pair of rollers was adjusted to 0.018 inches (457 μm); the gap nip for the second pair of rollers was adjusted to 0.010 inches (254 μm); and the gap nip for the third pair of rollers was adjusted to 0.006 inches (152 μm). The aggressiveness ratio as calculated for the first pair of rollers and the second pair of rollers was 1.80; the aggressiveness ratio as calculated for the second pair of rollers and the third pair of rollers was 1.67.

Glass-like wheat starch pellets were fed into the mill.

Once ground, the reduced glass-like wheat starch particles were sieved for a period of 10 minutes. The obtained particle size distribution is illustrated hereinbelow in Table 1.

Table 1: Particle size distribution of Example 1

Mesh size	Micron size	Percentage (w/w)
> 20	> 833 μm	4.1 %
30	589 μm	26.7 %
60	246 μm	65.5 %
100	147 μm	2.7 %
< 100	< 147 μm	0.8 %

24

-20-

Examples 2-5: Effect of gap nip on particle size distribution

The gap nip was modified as illustrated hereinbelow in Table 2. Glass-like wheat starch pellets were fed into the mill.

- Once ground, the reduced glass-like wheat starch particles were sieved for a period of 10 minutes. The obtained particle size distribution is illustrated hereinbelow in Table 3.

Table 2: Gap nip settings

Example n°	Gap nip 1	Gap nip 2	Gap nip 3
2	0.024 in.*	0.014 in.	0.010 in.
3	0.022 in.	0.012 in.	0.008 in.
4	0.014 in.	0.008 in.	0.005 in.
5	0.014 in.	0.008 in.	0.004 in.

*1 in. = 25,400 μm

10 **Table 3: Particle size distribution of Examples 2-5**

Mesh/Micron size	Example 2	Example 3	Example 4	Example 5
> 20 Mesh / > 833 μm	11.6 %	7.2 %	1.7 %	2.1 %
30 Mesh / 589 μm	47.1 %	38.1 %	14.2 %	19.7 %
60 Mesh / 246 μm	39.3 %	52.4 %	76.9 %	73.1 %
100 Mesh / 147 μm	1.3 %	1.8 %	6.0 %	4.2 %
< 100 Mesh / < 147 μm	0.3 %	0.5 %	1.1 %	0.7 %

As it can be observed from Table 3, the size of the reduced glass-like polysaccharide particles is directly related to the gap nip settings. Larger gap nip settings will generate a more significant fraction of large particles. The aggressiveness ratio as calculated for the first pair of

24

-21-

rollers and the second pair of rollers for example 4 was 1.75; the aggressiveness ratio as calculated for the second pair of rollers and the third pair of rollers for example 4 was 1.6. The aggressiveness ratio as calculated for the first pair of rollers and the second pair of rollers for example 5 was 1.75; the aggressiveness ratio as calculated for the second pair of rollers and the third pair of rollers was 2.0. The third pair of rollers in Example 5 is more aggressive than the third pair of rollers in Example 4.

Example 6: Corn starch glass-like polysaccharides and absorbent properties

10 The gap nip for the first pair of rollers was adjusted to 0.0235 inches (596 μm); the gap nip for the second pair of rollers was adjusted to 0.0115 inches (292 μm); and the gap nip for the third pair of rollers was adjusted to 0.0085 inches (216 μm). The aggressiveness ratio as calculated for the first pair of rollers and the second pair of rollers was 2.04; the aggressiveness ratio as calculated for the second pair of rollers and the third pair of rollers was 1.35.

20 Glass-like corn starch pellets were fed in the mill. Once ground, the reduced glass-like corn starch particles were sieved for a period of 10 minutes. The obtained particle size distribution is illustrated hereinbelow in Table 4. The absorbent characteristics of the reduced glass-like corn starch particles were as follows: Free Swell Capacity: 7 g/g; Centrifuge Retention Capacity: 4.8 g/g. As can be observed from Table 4, the higher aggressiveness ratio for the first pair of rollers and the second pair of rollers generated a higher content of fine particles.

WHAT IS CLAIMED IS:

1. A process for reducing glass-like polysaccharide particles comprising:
 - a) providing particles of a glass-like polysaccharide
5 selected from the group consisting of glass-like polysaccharides having a moisture content from 0% to about 13% and glassy state glass-like polysaccharides;
 - b) submitting said particles to the size^{*} reducing
10 action of at least three pairs of successive rollers generating size-reduced particles.
2. The process of claim 1, wherein the moisture content ranges from about 7% to about 9%.
3. The process of claim 1, wherein the size-reduced particles are sieved.
- 15 4. The process of claim 3, further comprising the step of removing airborne particles in proximity to the rollers.
5. The process of claim 4, wherein the airborne particles are removed using a dust cleaner.
- 20 6. The process of claim 1, wherein the glass-like polysaccharide particles comprise starch.
7. The process of claim 6, wherein the starch is selected from the group consisting of corn, waxy corn, wheat, waxy wheat, rice, waxy rice, potato, cassava, waxy maize, sorghum, waxy sorghum, sago, buckwheat, beans, peas, rye, barley, amaranth and mixtures thereof.

-24-

8. The process of claim 1, wherein each of two successive pairs of rollers has an aggressiveness ratio ranging from about 1.0 to about 2.0.

5 9. The process of claim 8, wherein each of two successive pairs of rollers has an aggressiveness ratio ranging from about 1.2 to about 1.8.

10. The process of claim 1, wherein the particles are pellet-shaped.

10 11. The process of claim 10, wherein the pellet-shaped particles have a size ranging from about 2 mm to about 8 mm.

12. A particulate material as obtained by the process of claim 1.

13. The particulate material of claim 12, having a size distribution comprising less than about 5% of fine particle content.

15 14. The particulate material of claim 13, having a size distribution comprising less than about 2% of fine particle content.

15. The particulate material of claim 12, having a size distribution comprising less than about 5% of large particle content.

20 16. The particulate material of claim 15, having a size distribution comprising less than about 2% of large particle content.

17. An absorbent composition comprising a particulate material as defined in claim 12 and at least one co-absorbent material.

29

-25-

18. The absorbent composition of claim 17, wherein the co-absorbent material is selected from the group consisting of synthetic superabsorbent polymers, mannose-based polysaccharides, ionic polysaccharides, fibers and mixtures thereof.

5 19. The absorbent composition of claim 18, wherein the synthetic superabsorbent polymers are obtained by the polymerization of monomers selected from the group consisting of acrylic acid, acrylate salts, acrylic ester, acrylic anhydride, methacrylic acid, methacrylate salts, methacrylic esters, methacrylic anhydride, maleic anhydride, maleic salts,
10 maleate esters, acrylamide, acrylonitrile, vinyl alcohol, vinyl pyrrolidone, vinyl acetate, vinyl guanidine, aspartic acid, aspartic salts and mixtures thereof.

20. The absorbent composition of claim 18, wherein the mannose-based polysaccharides are selected from the group consisting of
15 guar, tara, locust bean, konjac, fenugreek extracts, mesquite extracts, aloe mannans and mixtures thereof.

21. The absorbent composition of claim 18, wherein the ionic polysaccharides are selected from the group consisting of carboxyalkylated polysaccharides, oxidized polysaccharides, sulfated
20 polysaccharides, quaternary ammonium derivatives of polysaccharides, guanidinated polysaccharides, chitosan, pectin, arabic gum, karaya gum, xanthan, kappa, iota or lambda carrageenans, agar-agar, alginates and mixtures thereof.

22. The absorbent composition of claim 18, wherein the
25 fibers are selected from the group consisting of cellulose, viscose, rayon, cellulose acetate, NylonTM, polyalkylenes, polyethylene, polypropylene, bi-

29

-26-

component fibers, polyesters, polylactides, polypropanediols, Lyocell™, sphagnum and mixtures thereof.

23. The absorbent composition of claim 18, for use in applications selected from the group consisting of disposable sanitary products, airlaids, household articles, sealing materials, humectants, mining and oil drilling, anti-condensation coatings, water-storing materials, absorbent paper products, surgical absorbents, absorbent dressings, bandages and surgical pads, pet litter, absorbents for chemical spills, polymeric gels for cosmetics and pharmaceuticals, artificial snow, fire-fighting gels, and food packaging.

24. The absorbent composition of claims 17 and 18 for absorbing liquids, selected from the group consisting of physiological fluids, saline solutions, water and aqueous solutions.

25. The process of claim 1, wherein the particles are submitted to the size reducing action of at least four pairs of successive rollers generating size-reduced particles.

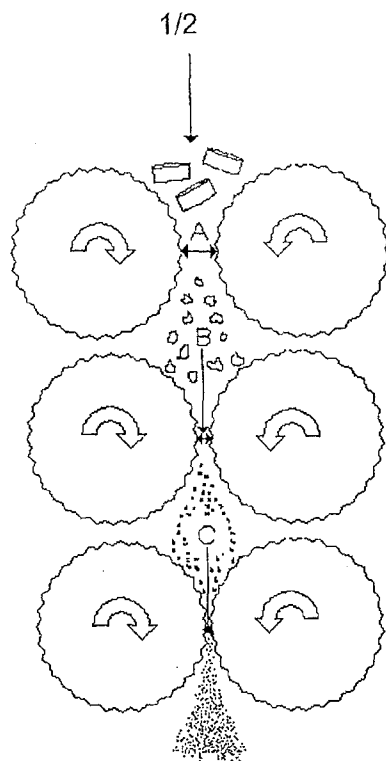


Figure 1

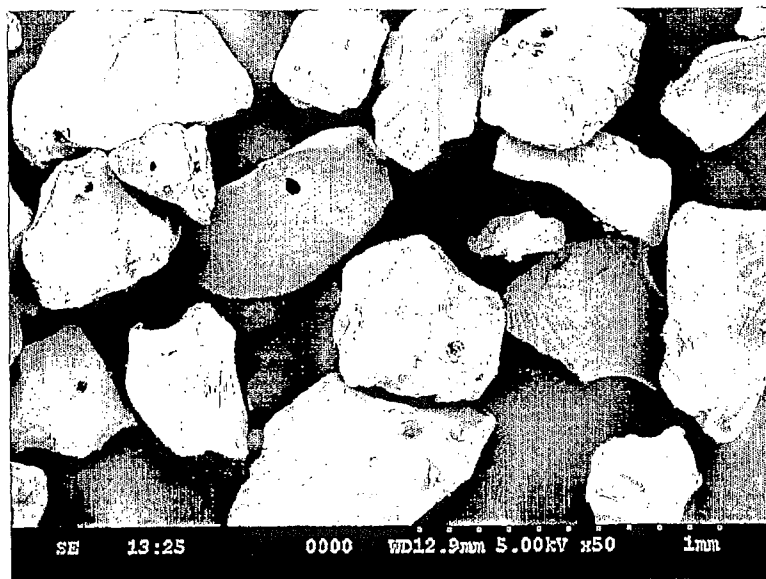


Figure 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CA2006/000048

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC: B02C 4/02 (2006.01) , B01J 20/22 (2006.01) 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) IPC: B02C 4/02 (2006.01) , B01J 20/22 (2006.01), A23B9/00 (2006.01) USPC: 426/93, 426/96, 426/103, 241/29 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic database(s) consulted during the international search (name of database(s) and, where practicable, search terms used) Delphion, Canadian Patents Database, USPTO Keywords: moisture, polysaccharide, glass*								
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT <table border="1"> <thead> <tr> <th>Category*</th> <th>Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th>Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>A</td> <td>US4232047 (SAIR et al.) November 4, 1980 *Entire Document*</td> <td>1</td> </tr> </tbody> </table>			Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	A	US4232047 (SAIR et al.) November 4, 1980 *Entire Document*	1
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.						
A	US4232047 (SAIR et al.) November 4, 1980 *Entire Document*	1						
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex. <table border="1"> <tr> <td> * 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 application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "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 </td> <td> "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand 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 combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family </td> </tr> </table>			* 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 application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "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 understand 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 combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family				
* 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 application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "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 understand 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 combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family							
Date of the actual completion of the international search 2 March 2006 (02-03-2006)		Date of mailing of the international search report 15 March 2006 (15-03-2006)						
Name and mailing address of the ISA/CA Canadian Intellectual Property Office Place du Portage I, C114 - 1st Floor, Box PCT 50 Victoria Street Gatineau, Quebec K1A 0C9 Facsimile No.: 001(819)953-2476		Authorized officer Simon Webster (819) 956-6135						

PROCESO PARA LA REDUCCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULAS
DE POLISACÁRIDOS COMO CRISTALES

CAMPO DE LA INVENCION

5 La presente invención se refiere a un proceso para reducir el tamaño de partícula de los polisacáridos como cristales.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

10 Los polisacáridos como cristales son una clase especial de polisacáridos físicamente modificados. A pesar de su contraparte cristalina, nativa, los polisacáridos como cristales son amorfos y tienen características como cristales. Los polisacáridos como cristales no poseen un diseño cristalino organizado, haciéndolos más apropiados como materiales absorbentes. Los polisacáridos como cristales han encontrado uso en una variedad de aplicaciones.

15

15 Los polisacáridos como cristales se han descrito por ser útiles en una variedad de aplicaciones relacionadas con los alimentos. Más específicamente, se han usado para encapsular los aditivos organolépticos (Carrell, P.K. US P 3,706,598; Spratt *et al.* CA 1,319,045; Sair *et al.* US P 4,232,047; Galluzzi *et al.* 20 US O 3,922,354; Saleeb *et al.* US P 5,972,395, US P 4,820,534, US P 4,532,145; Levine *et al.* US P 5,009,900; Fulger *et al.* US P 5,958,502; Franke *et al.* US P 5,846,580; Willibald-Ettle *et al.*, US P 6,582,753, US P 6,248,386).

25 Los polisacáridos como cristales pueden algunas veces comprender humedad obstruida. Esta humada obstruida tiene un efecto en la dureza y brillantes de los polisacáridos como cristales, haciéndolos menos abrasivos y haciéndolos muy apropiados como granos de arena suavemente abrasivos (Lane *et al.* US P 5,066,335, US P 5,360,903, US P US 5,367,068; Koutlakis *et al.* US P

6,159,257, US App. 2004/157532; Drake *et al.* US P 6,726,536, US App. 2004/121,707).

Los polisacáridos como cristales también se han descrito como materiales
5 absorbentes del agua (Huppé *et al.* CA 2,308,537; Thibodeau *et al.* CA 2,462,053; Berrada *et al.* CA 2,483,049; Drake *et al.* US App. 2004/244,652).

En las solicitudes anteriormente citadas, los polisacáridos como cristales se trituran para formar un particulado. Varias técnicas útiles para la reducción
10 del tamaño de la partícula se ha descrito por Richard *et al.* (Perry's Chemical Engineers' Handbook, 7^{ma}. Ed., Perry *et al.*, 1997, McGraw-Hill, s. 20, p. 1-56). Además, Richard *et al.*, clasificó el equipo de trituración y molienda en 11 clases: moledores de horquilla, moledores giratorios, molinos para tareas de gran impacto pesado, molino de rodillo, ollas de secado y molinos chaser,
15 desfibradoras, cortadores giratorios y cortadores en cubos, molinos medios, molidos de velocidad periférica media, molinos de velocidad periférica alta y molinos superfinos de energía de fluido.

El uso de molinos para tareas de gran impacto y entre ellos los molinos de
20 martillo, para triturar los polisacáridos como cristales para los materiales absorbentes y granos de arena abrasivos se han descrito previamente. Sin embargo, el uso de dichos molinos para tareas de gran impacto generalmente resulta en una distribución de tamaño de partícula muy amplia que tiene un alto contenido en partículas grandes y finas. Las partículas grandes generalmente
25 exceden el tamaño de partícula promedio del polisacárido como cristales por más de aproximadamente 350 μm . Las partículas finas generalmente tienen un tamaño de partícula de aproximadamente 350 μm o menor que el tamaño de partícula promedio del polisacárido como cristal. Para las aplicaciones en la

industria de absorbentes, el tamaño de partícula promedio deseado es aproximadamente 500 μm . De aquí, dentro del contexto de la industria de absorbentes, las grandes partículas se definen como siendo en exceso de aproximadamente 850 μm y las partículas finas se definen como siendo menores de aproximadamente 150 μm .

Las partículas finas generalmente son indeseadas, causando polvo y problemas de migración por el tamaño de la partícula. Por otra parte, una distribución de tamaño de partícula estrecha comúnmente se prefiere para algunas aplicaciones, tal como absorción del agua. Las partículas finas se conocen por crear problemas para el bloqueo de gel, como se reportó por Berg *et al.* (US P 5,300,565). Además, las partículas finas tienden a adherirse a las partes movibles de varios equipos de proceso industrial, especialmente las partes engrasadas. Dicha adhesión creará una costra que puede eventualmente conducir al daño del equipo. Adicionalmente, las partículas finas también son más propensas a generar polvo en el aire que puede llegar a ser una preocupación de salud ocupacional seria. Finalmente, los polvos en el aire, especialmente en el caso de los polisacáridos o granos, podrían causarse explosiones y fuegos.

20

Las grandes partículas generalmente no son apropiadas en las aplicaciones que comprenden productos higiénicos delgados tales como servilletas sanitarias o airlaids. Además, las grandes partículas tenderán solamente a absorber lentamente los fluidos tales como agua y causarán agujeros de alfiler en los productos higiénicos.

25

Para resolver estos problemas inherentes a las partículas finas o grandes, los polisacáridos como cristales triturados podrían tamizarse. Sin embargo, la

operación de tamizado conduciría a la pérdida de fracciones del producto que necesitarían ser descartadas. Además, el tamizado de las partículas finas de los polisacáridos como cristales es una operación difícil en el mejor de los casos, en vista de su geometría muy irregular. Esta geometría irregular comúnmente resulta en la obstrucción de los tamices, especialmente por las partículas finas.

El uso de molinos de rodillos para reducir el tamaño de la partícula de los polisacáridos como cristales también se conoce en la técnica. Los molinos de rodillos comprimen las partículas de los polisacáridos como cristales, conduciendo a una acumulación de "tensión", que resultará en el estallido de las partículas entre los rodillos. Este tipo de reducción de tamaño es muy agresivo. Para reducir la agresividad del proceso y además el contenido de partícula fina, el uso de pares múltiples de los rodillos sucesivos se ha descrito para triturar los productos o alimentos basados en cereal (Taylor, T. US P 453,364; Brunner, H. H FR 415230, Johnston, G. US P 1,396,712; Noll *et al.* US P 2,986,348; Huessy, E. G. US P 3,895,121; Sartoni, R. FR 1,296,235; Livrieri, F. EP 0949003; Standing, C.N. US P 3,933,086; Boczewski, M.P. US P 4,220,287; Rush *et al.* US P 4,225,093; Bielskis *et al.* US P 4,859,484; Gemsjager, H. US P 5,031,845; Baltensperger *et al.*, WO 89/03245 A1; Wellman, W. US P 5,089,282, US P 5,104,671, US P 5,141,764; US P 5,186,968, US P 5,194,287, US P 5,211,982; Salem *et al.* US P 6,098,905; Curran, S.P. US P 5,192,028; Leusner *et al.* US P 6,887,509; Giguere, R. J. US P 5,250,313; Hellweg *et al.* US App. 2005/153,044; Morgan, K. R. WO 05/002343 y Weaver, W. R. US App. 2005/160,996).

El uso de molinos de rodillos para triturar los polisacáridos como cristales se ha descrito por Sair *et al.* (US P 4,232,047). Sin embargo, Sair *et al.*, describe el uso de solamente un par de rodillos, que, como se mencionó anteriormente, es un tratamiento muy agresivo. Además, Sair *et al.* son silenciosos con respecto al

contenido de humedad de los polisacáridos como cristales, que juegan un rol crítico para un tratamiento de reducción de tamaño altamente efectivo. El contenido de humedad también es una característica crítica de los polisacáridos como cristales absorbentes, a medida que la humedad tiene un impacto directo en las propiedades absorbentes. Es bien conocido en la técnica relevante que los productos que tienen altos contenidos de humedad mostrarán absorbencia reducida.

Además aún existe una necesidad para un proceso para la reducción de tamaño de partícula eficiente de los polisacáridos como cristales.

La presente invención contempla cubrir estas y otras necesidades.

La presente invención se refiere a un número de documento, el contenido de los cuales se incorpora en este documento en su totalidad como referencia.

SUMARIO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un proceso novedoso para reducir el tamaño de partícula de los polisacáridos como cristales. La presente invención también se refiere a los materiales particulados obtenidos por dicho proceso, así como a las composiciones que comprenden dichos materiales particulados. Más específicamente, la presente invención se refiere a un proceso para reducir el tamaño de partícula de los polisacáridos como cristales, produciendo partículas grandes y/o menos finas (*es decir*, distribución de tamaño de partícula más estrecha). El proceso de la presente invención puede emplearse convenientemente para reducir el tamaño de partícula de los polisacáridos como cristales para usarse en la industria de absorbentes. El proceso de la presente

invención ofrece ventajas adicionales para ser tanto de costo y de energía eficientes.

En una modalidad, la presente invención se refiere a un proceso para
5 reducir el tamaño de la partícula de los polisacáridos como cristales
seleccionados del grupo que consiste de polisacáridos como cristales que tienen
un contenido de humedad que oscila de 0% a aproximadamente 13% y los
polisacáridos como cristales estando en un estado vítreo. El proceso comprende
someter exitosamente el polisacárido como cristal a la acción de reducción de
10 tamaño de partícula de al menos tres pares de rodillos sucesivos.

En una modalidad, la presente invención se refiere a un proceso para
reducir el tamaño de partícula de los polisacáridos como cristales seleccionados
del grupo que consiste de polisacáridos como cristales que tienen un contenido
15 de humedad que oscila de 0% a aproximadamente 13% y los polisacáridos como
cristales estando en un estado vítreo, en donde los polisacáridos como cristales
comprenden almidón. El proceso comprende exitosamente someter al
polisacárido como cristal a la acción de reducción de tamaño de partícula de la
menos tres pares de rodillos sucesivos.

20

En una modalidad, la presente invención se refiere a composiciones
absorbentes que comprenden partículas de tamaño reducido de polisacáridos
como cristales seleccionados del grupo que consiste de polisacáridos como
cristales que tiene un contenido de humedad oscilando de 0% a
25 aproximadamente 13% y los polisacáridos como cristales estando en un estado
vítreo.

Otros objetos, características y ventajas de la presente invención llegarán a ser aparentes a partir de la siguiente descripción detallada. Deberá entenderse, sin embargo, que la descripción detallada y los ejemplos específicos, mientras indican las modalidades ilustrativas de la invención, se dan por medio de ilustración solamente, dado que varios cambios y modificaciones dentro del espíritu y alcance de la invención llegarán a ser aparentes para aquellos expertos en la técnica a partir de esta descripción detallada.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

10 Teniendo además descrita generalmente la invención, ahora se hará referencia a los dibujos que la acompañan, mostrando por medio de ilustración una modalidad preferida de la misma y en la cual:

15 La Figura 1 ilustra una vista lateral en elevación de tres pares sucesivos de rodillos, de conformidad con una modalidad de la presente invención.

20 La Figura 2 muestra una micrográfica de la exploración con electrones de un polisacárido como cristal, de conformidad con una modalidad de la presente invención.

25 La Figura 3 ilustra una vista de lado a lado en elevación de un diente del rodillo que tiene una forma de "onda", de conformidad con una modalidad de la presente invención.

30 La Figura 4 ilustra una vista en perspectiva de un rodillo, de conformidad con una modalidad de la presente invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Para proporcionar un entendimiento claro y consistente de los términos usados en la presente especificación, un número de definiciones se proporcionan posteriormente. Además, la presente descripción se refiere a un número de 5 términos técnicos y químicos rutinariamente usados, las definiciones de los términos seleccionados se proporcionan por claridad y consistencia.

El uso de la palabra "un" y "uno" cuando se usa junto con el término "comprendiendo" en las reivindicaciones y/o la especificación puede significar 10 "uno" pero también es consistente con el significado de "uno o más", "al menos uno" y "uno o más de uno". Similarmente, la palabra "otro" puede significar al menos un segundo o más.

Como se usa en esta especificación y reivindicaciones, las palabras 15 "comprendiendo" (y cualquier forma de comprendiendo, tal como "comprender" y "comprende"), "teniendo" (y cualquier forma de teniendo, tal como "tener" y "tiene"), "incluyendo" (y cualquier forma de incluyendo, tal como "incluyen" e "incluye") o "conteniendo" (y cualquier forma de conteniendo, tal como "contienen" y "contiene"), son inclusive o de término abierto y no excluyen los 20 elementos no mencionados, adicionales o las etapas del método.

El término "aproximadamente" se usa para indicar que un valor incluye una variación inherente de error para el dispositivo o el método siendo empleado para determinar el valor.

25

Como se usa en este documento, el término "polisacárido como cristal" se refiere a un polisacárido que es sustancialmente un sólido amorfo uniforme. Los polisacáridos como cristal se preparan comúnmente por el enfriamiento rápido de

los polisacáridos fundidos. El enfriamiento rápido reduce la movilidad del polisacárido, previniendo a las cadenas de polisacárido de empacarse en un estado cristalino termodinámicamente más favorable. Los polisacáridos como cristales comúnmente se designan como polisacáridos "auto-enredados", tales como los reportados por Thibodeau *et al.* (CA 2,462,053) o Berrada *et al.* (CA 2,483,049). Por otra parte, los polisacáridos como cristales se caracterizan como teniendo una forma como cristal roto. Un ejemplo no limitante de dicha forma como cristal se ilustra en la Figura 2. Deberá entenderse que la definición de los polisacáridos como cristales comprende aglomeratos, (es decir, aglomeratos de polisacárido inorgánico) y nanocompuestos de polisacárido (Berrada *et al.* CA 2,483,049), todos de los cuales comprenden un componente de polisacárido como cristal de al menos 50%.

Como se usa en este documento, el término "estado vítreo" se refiere a un sub-estado de la materia de materiales vítreos, particularmente los materiales poliméricos. En un estado vítreo, las cadenas de polisacáridos se asocian relativamente fuertemente uno con otro, sin embargo sin tener un diseño cristalino. Cuando en un estado vítreo, los polisacáridos son más brillantes y más duros.

20

Como se usa en este documento, el término "estado elástico" se refiere a un sub-estado de la materia de los materiales vítreos, particularmente los materiales poliméricos. En un estado elástico, la interacción electrostática (los ejemplos no limitantes de los cuales incluyen el enlace iónico y el enlace H) entre las cadenas de polisacárido es más débil, permitiendo más movilidad de las cadenas poliméricas. Esta libertad adicional de movimiento hace a los polisacáridos como cristales "elásticos" más flexibles a la tensión o más dúctil bajo una presión aplicada.

44

Como se usa en este documento, el término "polisacáridos fundidos" se refiere a los polisacáridos para los cuales una cantidad suficiente de calor y agua se ha proporcionado para romper su diseño cristalino. Un término sinónimo, es decir "gelatinizado" comúnmente se usa cuando se refiere al almidón.

5

Como se usa en este documento, el término "polisacárido" se refiere a polímeros que tienen una columna que comprende unidades de repetición de monosacáridos y/o unidades de repetición de monosacáridos derivadas, en donde dichas unidades de repetición se acumulan en al menos 90% de los polímeros. Los ejemplos no limitantes incluyen almidones, almidones modificados, amilopectina, amilopectina modificada, amilosa, amilosa modificada, chitosán, quitina, goma guar, goma guar modificada, goma de algarrobo, goma de tara, goma konjac, flúor de konjac, goma de fenugreek, goma mesquita, mannans de aloe, celulosa, celulosa modificada (los ejemplos representativos incluyen celulosa carboxialquilada y carboximetil celulosa), polisacáridos oxidados, polisacáridos sulfatados, polisacáridos catiónicos (los ejemplos representativos incluyen chitosán, derivados de amonio cuaternario de los polisacáridos y los polisacáridos guanidinados tales como se describen por Berrada, M. CA 2,519,417), pectina, goma arábica, goma karaya, xantán, kappa, 20 iota o carrageninas lambda, agar-agar, alginatos y mezclas de los mismos.

Como se usa en este documento, el término "unidad de monosacárido" se refiere a aldosas C_5-C_6 cíclicas o quetosas. Los ejemplos no limitantes de las aldosas C_5-C_6 incluyen alosa, altrosa, glucosa, manosa, gulosa, idosa, galactosa, 25 talosa, ribosa, arabinosa, xilosa y lixosa. Los ejemplos no limitantes de quetosas C_5-C_6 incluyen ribulosa, xilosa, fructosa, sorbosa y tagatosa.

44

Como se usa en este documento, el término "derivados de monosacárido" se refiere a cualquier unidad de monosacárido enzimáticamente o químicamente modificada.

- 5 Como se usa en este documento, el término "contenido de humedad" se refiere a la cantidad de agua (% de peso/peso) contenida en un sólido.

- 10 Como se usa en este documento, el término "temperatura ambiente" se refiere a la temperatura oscilando de aproximadamente 15 a aproximadamente 40°C.

Como se usa en este documento, el término "rodillo" se refiere a los cilindros relacionados a lo largo de su eje longitudinal.

- 15 Como se usa en este documento, el término "par de rodillos" se refiere a 2 rodillos sustancialmente paralelos giratorios de conteo, colocados en proximidad cercana uno del otro.

- 20 Como se usa en este documento, el término "pliegue de intervalo" se refiere al espacio entre un par de rodillos. Para ser efectivo, el pliegue de intervalo deberá ser más pequeño que las partículas a reducirse de tamaño.

- 25 Como se usa en este documento, el término "agresividad del pliegue de intervalo" se refiere a la proporción del pliegue de intervalo entre dos pares de rodillos sucesivos. La "agresividad del pliegue de intervalo" puede definirse por la siguiente ecuación:

$$\frac{\text{pliegue de intervalo}_1}{\text{pliegue de intervalo}_2} = \text{Proporción de agresividad}$$

Como se ilustra por el dibujo en la Figura 1, una primer "proporción de agresividad del pliegue de intervalo" se obtiene mediante dividir el "pliegue de intervalo A" por el "pliegue de intervalo B". Una segunda proporción de agresividad del pliegue de intervalo" se obtiene mediante dividir "el pliegue de intervalo B" por el "pliegue de intervalo C". Las proporciones de agresividad mayores (*es decir*, valores numéricos mayores) son indicativas de la mayoría de las partículas de los polisacáridos como cristales siendo tensadas. Sin embargo, si la tensión ejercida es excesiva (*es decir*, una proporción de agresividad de aproximadamente 2 o más), un estallido excesivo de las partículas ocurrirá, generando un contenido mayor de las partículas.

Como se usa en este documento, el término "pares sucesivos de rodillos" se refiere a una serie de pares de rodillos, cada par teniendo un impacto de reducción en el tamaño de las partículas de polisacárido como cristal. Una serie de tres pares sucesivos de rodillos se ilustra en la Figura 1.

Como se usa en este documento, el término "fino" o "partícula fina" se refiere a las partículas pequeñas. El tamaño de las partículas finas puede calcularse mediante sustraer 350 μm del tamaño de partícula promedio deseada. Para las aplicaciones en la industria de absorbentes, un tamaño de partícula promedio deseada es aproximadamente 500 μm , el fino debería además tener un tamaño de partícula de aproximadamente 150 μm o menor.

Como se usa en este documento, el término "grande" o "partícula grande" se refiere a partículas grandes. El tamaño de las partículas grandes puede calcularse mediante agregar 350 μm a la partícula promedio deseada. Para las aplicaciones en la industria de absorbentes, un tamaño de partícula promedio

deseado es aproximadamente 500 μm ; las partículas grandes deberán además tener un tamaño de partícula de aproximadamente 850 μm o más.

5 Como se usa en este documento, el término "capacidad de inflación libre" (FSC), también llamada "absorción total" se refiere a la cantidad (g) del fluido absorbido por gramo de la composición. Los fluidos típicos son soluciones salinas (0.9% de la solución NaCl de peso/peso, en este documento llamada solución de NaCl al 0.9% o solución salina).

10 Como se usa en este documento, el término "capacidad de retención centrífuga" (CRC) también llamada "retención" se refiere a la cantidad (g) de fluido retenido por gramo de la composición, siguiendo la exposición de la composición a una fuerza centrífuga de 250 G. Los fluidos típicos son soluciones salinas (0.9% de solución de NaCl de peso/peso, de aquí en adelante llamada
15 solución de NaCl o salina al 0.9%).

En un sentido amplio, la presente invención se refiere a un proceso novedoso para reducir el tamaño de partícula de los polisacáridos como cristales. En una modalidad de la presente invención, el tamaño de partícula de
20 los polisacáridos como cristales se reduce por la acción de al menos tres pares de rodillos sucesivos. En una modalidad adicional de la presente invención, los polisacáridos como cristales tienen un contenido de humedad que oscila de 0% a aproximadamente 13%. En una modalidad adicional de la presente invención, los polisacáridos como cristales están en un estado vítreo.

25

Siguiendo el proceso de reducción, se obtienen las partículas de polisacárido como cristales reducidos. El proceso de reducción minimiza la formación de partículas finas y/o grandes. En una modalidad de la presente

invención, el proceso para reducir el tamaño de partícula de los polisacáridos como cristales genera las partículas que exhiben una distribución de tamaño de partícula estrecha. En una modalidad adicional, el proceso de reducción de la presente invención genera partículas reducidas que tienen un contenido de partícula fina de menos de aproximadamente 5% y un contenido de partícula grande de menos de aproximadamente 5%. En una modalidad aún adicional, el proceso de reducción de la presente invención genera partículas reducidas que tienen un contenido de partícula fina de menos de aproximadamente 2% y un contenido de partícula grande de menos de aproximadamente 2%.

10

Los polisacáridos como cristales, debido a sus características físicas, constituye una clase especial de polisacáridos. Los polisacáridos como cristales pueden estar en un estado vítreo o en un estado elástico. Se descubrió inesperadamente que cuando a temperatura ambiente y dependiendo del contenido de humedad, los polisacáridos como cristales se fracturarán de conformidad con los diferentes mecanismos.

15

Los polisacáridos como cristales elásticos son polisacáridos como cristales que tienen alto contenido de humedad y tienden a tener características como caucho y como plástico. Dichos polisacáridos como cristales serán más propensos a deformarse bajo una presión aplicada y además se fracturarán más que estallar. Además, el alto contenido de humedad inherente para estos polisacáridos como cristales elásticos imparte elasticidad y ductibilidad a las partículas, haciendo su reducción usando los molinos de rodillos sustancialmente inefectivos. La elasticidad y ductibilidad permite al polisacárido absorber la energía cuando se somete a la acción de los rodillos. Más energía además se requerirá para fracturar apropiadamente las partículas. La absorción de energía rápidamente incrementará la temperatura del polisacárido que tenderá a pegar el

20

25

equipo industrial. Además, los polvos de polisacárido a alta temperatura son inflamables.

Los polisacáridos como cristales en un estado vítreo se caracterizan por los contenidos de humedad más bajos y tienden a ser más brillantes y más duros. Dichos polisacáridos como cristales estallarán más que fracturarse bajo una tensión aplicada tal como presión y privación, haciéndolos muy apropiados para la reducción de tamaño usando los molinos de rodillos. En una modalidad de la presente invención, dichos polisacáridos como cristales tienen un contenido de humedad que oscila de 0% a aproximadamente 13%. En una modalidad adicional de la presente invención, dichos polisacáridos como cristales tienen un contenido de humedad que oscila de aproximadamente 7% a aproximadamente 9%.

Está dentro de la capacidad del experto en la técnica que disminuir la temperatura de los materiales como cristales disminuirá la movilidad de las cadenas poliméricas individuales haciéndolas materiales como cristales. Esto hará al material más cristalino, haciéndolo más propenso a la acción de los molinos de rodillos. Las temperaturas más altas, sin embargo, suavizarán los materiales como cristales haciéndolos menos apropiados para usarse en los molinos de rodillos.

En un molino de rodillo, una parte de los rodillos giratorios de conteo se separan aparte definiendo un espacio llamado "pliegue de intervalo". Este espacio de preferencia es ajustable para controlar la tensión aplicada en las partículas a reducirse. Como puede observarse en la Figura 1, las partículas a reducirse se transportan exitosamente en el espacio del pliegue de intervalo A, B y C, en el cual se tensan por la presión ejercida por los rodillos. Para ser

efectivo, el pliegue de intervalo deberá ser menor que el tamaño de las partículas a reducirse. Dependiendo de la configuración del molino de rodillos, varios pares de rodillos sucesivos pueden estar presentes.

5 En una modalidad de la presente invención, el par de rodillos es girado por conteo en diferentes velocidades. Esto resultará en las partículas siendo expuestas para quitar las tensiones, resultando en una reducción de tamaño eficiente. En una modalidad, los rodillos se equipan con dientes corrugados, ubicados a lo largo de la superficie externa de los rodillos. Los dientes se

10 asegurarán a las partículas que ingresan al pliegue de intervalo e impactarán las partículas en los mismos. En una modalidad de la presente invención, y como se ilustra en la Figura 3, Los dientes tienen una forma como onda. El lado cóncavo de la onda deberá señalarse en las partículas de polisacárido como cristales a reducirse, proporcionado para que las partículas sean guiadas en el pliegue de

15 intervalo. En una modalidad adicional de la presente invención, los dientes corrugados son lineales, extendiendo la longitud del rodillo, sustancialmente paralela al eje del rodillo o colateral al mismo.

Un ajuste adecuado del pliegue de intervalo es importante si una

20 reducción de tamaño de partícula eficiente se logrará. En efecto, los dobleces de intervalo sucesivos deberán reducirse progresivamente. Una diferencia de pliegue de intervalo excesiva entre los dos pares sucesivos de rodillos resulta en una proporción de agresividad excesivamente alta. Dicha proporción alta resultará en el estallido excesivo de las partículas de polisacárido como

25 cristales, generando cantidades indeseadas de partículas finas. En una modalidad de la presente invención, la proporción de agresividad del pliegue de intervalo de aproximadamente 1.0 a aproximadamente 2.0. En una modalidad

51

adicional, la proporción de la agresividad del pliegue de intervalo oscila desde aproximadamente 1.2 a aproximadamente 1.8.

En una modalidad de la presente invención, las partículas de polisacáridos como cristales se someten a la acción de reducción de la menos tres pares de rodillos sucesivos. El uso de un número incrementado de rodillos sucesivos permite a la proporción de agresividad entre dos pares sucesivos de rodillos ser reducida más gradualmente. Sin embargo, está dentro de la capacidad de un experto en la técnica determinar el número de pares sucesivos de rodillos a usarse, así como determinar las configuraciones de pliegue de intervalo adecuadas para obtener una distribución de tamaño de partícula deseada.

Las partículas de polisacárido como cristal de la presente invención exhibirán una distribución de tamaño de partícula estrecha. Sin embargo, los tamices aún pueden usarse para estrechar la distribución de tamaño de partícula. Además, un limpiador de polvo puede usarse en proximidad a los rodillos para remover cualquier partícula en el aire. El uso de dichos limpiadores de polvo además estrecha la distribución de tamaño de partícula.

Los polisacáridos como cristales a usarse en el proceso de la presente invención pueden obtenerse a partir de una variedad de fuentes. Los ejemplos no limitantes incluyen almidones, almidones modificados, amilopectina, amilopectina modificada, amilosa, amilosa modificada, chitosán, quitina, goma guar, goma guar modificada, goma de algarrobo, goma de tara, goma konjac, flúor konjac, goma fenugreek, goma mesquita, mannans de aloe, celulosa, celulosa modificada (los ejemplos representativos incluyen celulosa carboxialquilada y carboximetil celulosa), polisacáridos oxidados, polisacáridos sulfatados, polisacáridos catiónicos, pectina, goma arábica, goma karaya, xantán, kappa, iota o

5

52

carrageninas lambda, agar-agar y alginatos. Los ejemplos no limitantes de los polisacáridos basados en manosa incluyen goma guar, goma de tara, goma de algarrobo, goma konjac, goma mesquita y extractos de fenugreek. Además los ejemplos no limitantes incluyen polisacáridos reticulados tales como aquellos descritos por Couture *et al.* (CA 2,232,006); mezclas de polisacáridos tales como aquellas descritas por Bergeron, D. (CA 2,426,478); polisacáridos químicamente derivatizados tales como aquellos descritos por Berrada, M. (CA 2,519,417) y los aglomerados inorgánicos-polisacáridos y los nanocompuestos de polisacáridos tales como aquellos descritos por Berrada *et al.* CA 2,483,049.

10

En una modalidad de la presente invención, el polisacárido como cristal es almidón. El ejemplo no limitante de almidones incluye maíz, cera de maíz, trigo, trigo ceroso, arroz, arroz ceroso, papa, tapioca, maíz ceroso, sorgo, sorgo ceroso, sagú, trigo sarraceno, frijoles, chícharo, centeno, cebada y amaranto.

15

Los polisacáridos como cristales usualmente se obtienen a través de los procesos de extrusión. Los extrudados como cristales usualmente se cortan en gránulos, tales como aquellos descritos en la US P 5,066,335 (Lane *et al.*). en una modalidad de la presente invención, el diámetro de los gránulos oscila desde aproximadamente 2 mm a aproximadamente 8 mm.

20

Las partículas de polisacáridos como cristales reducidas de la presente invención pueden emplearse en una variedad de aplicaciones tales como en productos sanitarios desechables (es decir, pañales, artículos para la incontinencia, productos para la higiene femenina y vendajes absorbentes), airlaids, artículos caseros, materiales de sellado, humectantes (es decir, productos agrícolas para el acondicionamiento de la tierra), minería y perforación de aceite, recubrimientos anti-condensación, materiales de almacenamiento de

25

52

agua (agricultura/horticultura/silvicultura), productos de papel absorbente, absorbentes quirúrgicos, limpieza de mascotas, vendajes. vendajes para heridas, absorbentes químicos, geles poliméricos para cosméticos y farmacéuticos, nieve artificial, en técnicas para combatir el fuego y en aplicaciones relacionadas a la

5 transportación de comida fresca o mariscos, así como en las aplicaciones de empaquetamiento de alimentos. Además, las partículas de polisacárido como cristales reducidas de la presente invención pueden emplearse para absorber una variedad de líquidos, los ejemplos no limitantes de los cuales incluyen fluidos fisiológicos, soluciones salinas, agua y soluciones acuosas.

10

Las partículas de polisacáridos como cristales reducidas de la presente invención pueden mezclarse con otros materiales co-absorbentes. En una modalidad de la presente invención, las composiciones comprenden de aproximadamente 1 a aproximadamente 99% (peso/peso) de los polisacáridos

15 como cristales de tamaño reducido y de aproximadamente 99 a aproximadamente 1% (peso/peso) de material co-absorbente. Los ejemplos no limitantes de los materiales co-absorbentes incluyen polímeros superabsorbentes sintéticos, polisacáridos basados en manosa, polisacáridos iónicos, fibras y mezclas de los mismos.

20

En una modalidad de la presente invención, las composiciones absorbentes se preparan mediante mezclado de las partículas como cristales de tamaño reducido con los polisacáridos iónicos, catiónicos o polisacáridos aniónicos o mezclas de los mismos. En una modalidad adicional, las

25 composiciones absorbentes se preparan mediante mezclar las partículas de polisacáridos como cristales de tamaño reducido con uno o más polisacáridos aniónicos.

Los ejemplos no limitantes de los polisacáridos aniónicos incluyen polisacáridos carboxialquilo, carboximetil celulosa, almidón de carboximetilo, polisacáridos oxidados, xantán, carrageninas, pectina y mezclas de los mismos.

5 Los ejemplos no limitantes de fibras incluyen celulosa, viscosa, rayón, acetato de celulosa, NylonTM, polialquilenos, polietileno, polipropileno, fibras bi-componentes, poliésteres, poliactidos, polipropanodiolos, LyocellTM, esfagno y mezclas de los mismos.

10 Los ejemplos no limitantes de los polisacáridos basados en manosa incluyen goma guar, tara, goma de algarrobo, konjac, extractos de fenugreek, extractos de mesquite, mannans aloe y mezclas de los mismos.

Los polímeros superabsorbentes sintéticos co-absorbentes pueden
15 obtenerse generalmente vía la polimerización de monómeros, los ejemplos no limitantes de los cuales incluyen ácido acrílico, sales de acrilato, éster acrílico, anhídrido acrílico, ácido metacrílico, sales de metacrilato, ésteres metacrílicos, anhídrido metacrílico, anhídrido maleico, sales maleicas, ésteres de maleato, acrilamida, acrilonitrilo, alcohol vinílico, pirrolidona de vinilo, acetato de vinilo,
20 guanidina de vinilo, ácido aspártico, sales aspárticas y mezclas de los mismos.

EXPERIMENTOS

Materiales

Gránulos de almidón de trigo grado A como cristales que tienen un
25 diámetro que oscila de desde aproximadamente 2 mm a aproximadamente 8 mm y que tiene un contenido de humedad de 10%, se obtuvieron de Archer Daniels Midland®, (Decatur, EUA, División Candiak, Canadá). Los gránulos de almidón de maíz como cristales que tienen un diámetro oscilando de aproximadamente 2

mm a aproximadamente 8 mm y teniendo un contenido de humedad de 8%, se obtuvieron de Groupe Lysac Inc.® (Boucherville, Canadá).

Molino de triple par de rodillos

5 Las partículas de polisacárido como cristales se redujeron usando un triturador 1052 TP Gran-U-Lizer™ de Modern Processing Equipment (Chicago, EUA). El triturador se equipó con tres (3) pares de rodillos. Los rodillos hechos de hierro templados de metal dual centrífugamente vaciados, tuvieron un diámetro de 25.4 cm y tuvieron 132.08 cm en longitud. Además, los rodillos se
10 corrugaron, permitiendo un ajuste del dobléz de intervalo variable. Todos los pares de rodillos fueron asíncronos, es decir, giraron en un ritmo diferente. El primer par de rodillos giró a velocidades de 478 rpm y 1160 rpm respectivamente. El segundo par de rodillos giró a velocidad de 512 rpm y 1160 rpm respectivamente. El tercer par de rodillos giró en velocidades de 614 rpm y
15 1160 rpm respectivamente. Un motor de 25 HP energizó cada par de rodillos. El triturador se alimentó usando un alimentador de rodillo 1052 PF (1 HP), con conducción de velocidad de motor variable, de Modern Processing Equipment (Chicago, EUA).

20 Tamizador

Las muestras se tamizaron por un periodo de aproximadamente 10 minutos usando un agitador de tamiz de prueba Tyler Ro-Tap™ girando a 1725 rpm. Las muestras se tamizaron con tamices que tienen aberturas de malla de 20, 30, 60 y 100 Tyler.

25

Métodos de Prueba

Como se describió en Modern Superabsorbent Polymer Technology (Buchholz, F.L. y Graham, A.T. Eds. Wiley-VCH, Nueva York, 1998, sección

4.6.1. Capacidad de inflación: Teoría y Práctica, p.147), varios métodos de medición se usaron para caracterizar la capacidad de inflación de un polímero. En el campo de los superabsorbentes, la Capacidad de Inflación Gravimétrica [también llamada la Capacidad de Inflación Libre (FSC)] y la Capacidad Centrífuga [también llamada la Capacidad de Retención Centrífuga]] son
5 métodos recomendados. El FSC y el CRC se usaron para comparar las capacidades de inflación de los productos absorbentes obtenidos.

Lechos de té para las mediciones FSC y CRC

10 Bolsas de té (10 x 10 cm) se hicieron de papel filtro Ahlstrom™ sellable en calor ($16.5 \pm 0.5 \text{ g/m}^2$).

Mediciones FSC

La Capacidad de Inflación Libre (FSC) en una solución de NaCl al 0.9% se
15 determinó de conformidad con el método de prueba recomendado 440.2-02 de EDANA.

Mediciones CRC

La Capacidad de Retención Centrífuga (CRC) en una solución de NaCl al
20 0.9% se determinó de conformidad con el método de prueba recomendado 441.2-02 de EDANA.

EJEMPLOS

Ejemplo 1: Almidón de Trigo

25 El dobléz de intervalo para el primer par de rodillos se ajustó a 0.046 cm (457 μm), el dobléz de intervalo para el segundo par de rodillos se ajustó a 0.025 cm (254 μm) y el dobléz de intervalo para el tercer par de rodillos se ajustó a 0.015 cm (152 μm). La proporción de agresividad como se calculó para el primer

par de rodillos y el segundo par de rodillos fue 1.80; la proporción de agresividad como se calculó para el segundo par de rodillos y el tercer par de rodillos fue 1.67.

- 5 Los gránulos como almidón de trigo como cristales se alimentaron en el molino.

Una vez trituradas, las partículas de almidón de trigo como cristales reducidas se tamizaron por un periodo de 10 minutos. La distribución de tamaño de partícula obtenida se ilustra en este documento posteriormente como en la Tabla 1.

Tabla 1: Distribución de tamaño de partícula del Ejemplo 1

Tamaño de Red	Tamaño de Micrón	Porcentaje (p/p)
>20	>833 μm	4.1%
30	589 μm	26.7%
60	246 μm	65.5%
100	147 μm	2.7%
<100	<147 μm	0.8%

Ejemplos 2-5: Efecto del doblez de intervalo en la distribución del tamaño de partícula

El dobles de intervalo se modificó como se ilustra posteriormente en este documento en la Tabla 2. Los gránulos de almidón de trigo como cristales se alimentaron en el molino.

58

Una vez trituradas, las partículas de almidón de trigo como cristales reducidas se tamizaron por un periodo de 10 minutos. La distribución de tamaño de partícula obtenida se ilustra en este documento posteriormente como en la Tabla 3.

5

Tabla 2: Configuraciones del doblez de intervalo

Ejemplo No.	Doble de int. 1	Doble de int. 2	Doble de int. 3
2	0.061 cm*	0.036 cm	0.025 cm
3	0.056 cm	0.030 cm	0.020 cm
4	0.036 cm	0.020 cm	0.013 cm
5	0.036 cm	0.030 cm	0.010 cm

10

*2.54 cm = 25,400 μm

Tabla 3: Distribución del tamaño de partícula de los Ejemplos 2-5

15

Red/tam. de micrón	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5
>20 Red/>833 μm	11.6%	7.2%	1.7%	2.1%
30 Red/589 μm	47.1%	38.1%	14.2%	19.7%
60 Red/246 μm	39.3%	52.4%	76.9%	73.1%
100 Red/147 μm	1.3%	1.8%	6.0%	4.2%
<100 Red/<147 μm	0.3%	0.5%	1.1%	0.7%

20

Como puede observarse a partir de la Tabla 3, el tamaño de las partículas de polisacárido como cristales reducido está directamente relacionado con las configuraciones del doble de intervalo. Las configuraciones de doble de intervalo mayores generarán una fracción más significativa de las partículas mayores. La proporción de agresividad como se calculó para el primer par de rodillos y el segundo par de rodillos para el ejemplo 4 fue 1.75; la proporción de agresividad como se calculó para el segundo par de rodillos y el tercer par de rodillos para el ejemplo 4 fue 1.6. La proporción de agresividad como se calculó

25

59

para el primer par de rodillos y el segundo par de rodillos para el ejemplo 5 fue 1.75; la proporción de agresividad como se calculó para el segundo par de rodillos y el tercer par de rodillos fue 2.0. El tercer par de rodillos en el Ejemplo 5 es más agresivo que el tercer par de rodillos en el Ejemplo 4.

5

Ejemplo 6: Polisacáridos como cristales de almidón de maíz y propiedades absorbentes

El dobléz de intervalo para el primer par de rodillos se ajustó a 0.010 cm (596 μm); el dobléz de intervalo para el segundo par de rodillos se ajustó a 0.029 cm (292 μm) y el dobléz de intervalo para el tercer par de rodillos se ajustó a 0.022 cm (216 μm). La proporción de agresividad como se calculó para el primer par de rodillos y el segundo par de rodillos fue 2.04; la proporción de agresividad como se calculó para el segundo par de rodillos y el tercer par de rodillos fue 1.35.

15

Los gránulos de almidón de maíz como cristales se alimentaron en el molino. Una vez trituradas las partículas de almidón de maíz como cristales se tamizaron por un periodo de 10 minutos. La distribución de tamaño de partícula obtenida se ilustra en este documento posteriormente como en la Tabla 4. Las características absorbentes de las partículas de almidón de maíz como cristales reducidas fue como sigue: Capacidad de Inflación Libre: 7 g/g; Capacidad de Retención Centrífuga: 4.8 g/g. Como puede observarse a partir de la Tabla 4, la proporción de agresividad mayor para el primer par de rodillos y el segundo par de rodillos generó un contenido mayor de partículas finas.

25

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para reducir las partículas de polisacáridos como cristales que comprende:

- 5 a) proporcionar partículas de un polisacárido como cristales seleccionado del grupo que consiste de polisacáridos como cristales que tienen un contenido de humedad de 0% a aproximadamente 13% y polisacáridos como cristales en estado vítreo;
- 10 b) someter dichas partículas a la acción de reducción de tamaño de al menos tres pares de rodillos sucesivos generando partículas reducidas de tamaño.

2. El proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde el contenido de humedad oscila de aproximadamente 7% a aproximadamente 9%.

15

3. El proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde las partículas reducidas de tamaño se tamizan.

4. El proceso de conformidad con la reivindicación 3, que además
20 comprende la etapa de remover las partículas en el aire en la proximidad de los rodillos.

5. El proceso de conformidad con la reivindicación 4, en donde las partículas en el aire se remueven usando un limpiador de polvo.

25

6. El proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde las partículas de polisacárido como cristales comprende almidón.

7. El proceso de conformidad con la reivindicación 6, en donde el almidón se selecciona del grupo que consiste de maíz, maíz ceroso, trigo, trigo ceroso, arroz, arroz ceroso, papa, tapioca, maíz ceroso, sorgo, sorgo ceroso, sagú, trigo sarraceno, frijoles, chícharo, centeno, cebada, amaranto y mezclas de los mismos.

8. El proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde cada uno de los dos pares sucesivos de rodillos tiene una proporción de agresividad de aproximadamente 1.0 a aproximadamente 2.0.

9. El proceso de conformidad con la reivindicación 8, en donde dos de los pares sucesivos de rodillos tiene una proporción de agresividad oscilando de aproximadamente 1.2 a aproximadamente 1.8.

10. El proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde las partículas se conforman en gránulos.

11. El proceso de conformidad con la reivindicación 10, en donde las partículas en forma de gránulos tienen un tamaño oscilando de aproximadamente 2 mm a aproximadamente 8 mm.

12. Un material particulado como se obtuvo por el proceso de la reivindicación 1.

13. El material particulado de conformidad con la reivindicación 12, que tiene una distribución de tamaño que comprende menos de aproximadamente 5% del contenido de partícula fina.

14. El material particulado de conformidad con la reivindicación 13, que tiene una distribución de tamaño que comprende menos de aproximadamente 2% del contenido de partícula fina.

5 15. El material particulado de conformidad con la reivindicación 12, que tiene una distribución de tamaño que comprende menos de aproximadamente 5% del contenido de partícula grande.

10 16. El material particulado de conformidad con la reivindicación 15, que tiene una distribución de tamaño que comprende menos de aproximadamente 2% del contenido de partícula grande.

15 17. Una composición absorbente que comprende un material particulado como se definió en la reivindicación 12 y al menos un material co-absorbente.

20 18. La composición absorbente de conformidad con la reivindicación 17, en donde el material co-absorbente se selecciona del grupo que consiste de polímeros superabsorbentes sintéticos, polisacáridos basados en manosa, polisacáridos iónicos, fibras y mezclas de los mismos.

25 19. La composición absorbente de conformidad con la reivindicación 18, en donde los polímeros superabsorbentes sintéticos se obtienen mediante la polimerización de los monómeros seleccionados del grupo que consiste de ácido acrílico, sales de acrilato, éster acrílico, anhídrido acrílico, ácido metacrílico, sales de metacrilato, ésteres metacrílicos, anhídrido metacrílico, anhídrido maleico, sales maleicas, ésteres de maleato, acrilamida, acrilonitrilo, alcohol vinílico, pirrolidona de vinilo, acetato de vinilo, guanidina de vinilo, ácido aspártico, sales aspárticas y mezclas de los mismos.

20. La composición absorbente de conformidad con la reivindicación 18, en donde los polisacáridos basados en manosa se seleccionan del grupo que consiste de goma guar, tara, goma de algarrobo, konjac, extractos de fenugreek, extractos de mesquite, mannans aloe y mezclas de los mismos.

5

21. La composición absorbente de conformidad con la reivindicación 18, en donde los polisacáridos iónicos se seleccionan del grupo que consiste de polisacáridos carboxialquilados, polisacáridos oxidados, polisacáridos sulfatados, derivados de amonio cuaternario de los polisacáridos, polisacáridos guanidinados, chitosán, pectina, goma arábiga, goma de karaya, xantán, kappa, 10 iota o carrageninas de lambda, agar-agar, alginatos y mezclas de los mismos.

22. La composición absorbente de conformidad con la reivindicación 18, en donde las fibras se seleccionan del grupo que consiste de celulosa, viscosa, rayón, acetato de celulosa, NylonTM, polialquilenos, polietileno, polipropileno, 15 fibras bi-componentes, poliésteres, poliactidos, polipropandioles, LyocellTM, , esfagno y mezclas de los mismos.

23. La composición absorbente de conformidad con la reivindicación 18, 20 para usarse en las aplicaciones seleccionadas del grupo que consiste de productos sanitarios desechables, airlaids, artículos caseros, materiales de sellado, humectantes, minería y perforación de aceite, recubrimientos anti-condensación, materiales de almacenamiento de agua, productos de papel absorbente, absorbentes quirúrgicos, vendajes absorbentes, vendas y 25 almohadillas quirúrgicas, limpieza de mascotas, absorbentes para derrames químicos, geles poliméricos para cosméticos y farmacéuticos, nieve artificial, geles que combaten el fuego y empaquetamiento de alimentos.

270

1/2

67

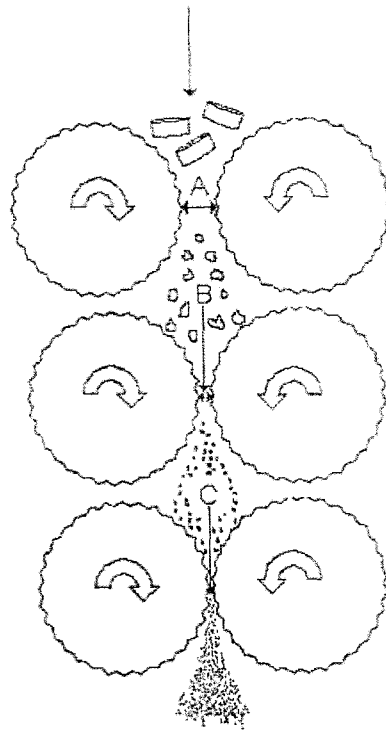


Figura 1

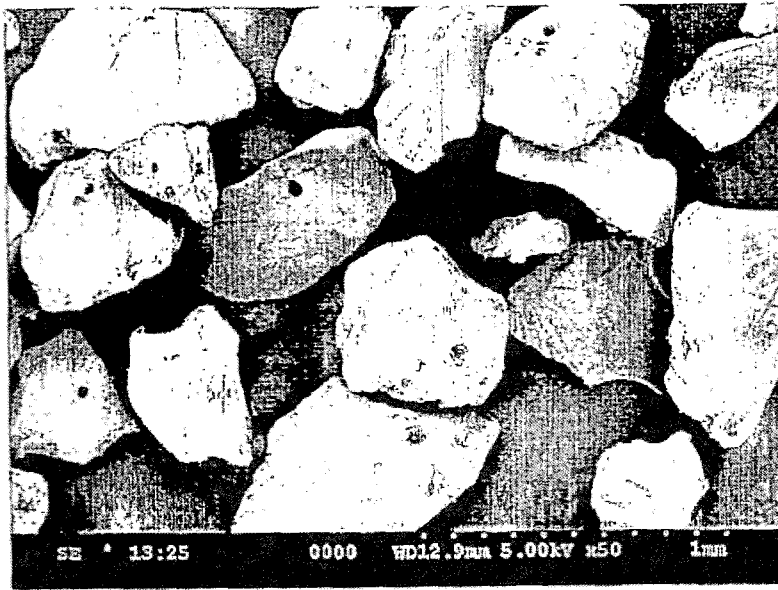


Figura 2

67

PATENT COOPERATION TREATY

From the
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

67

To: BCF LLP 1100, Rene-Levesque Blvd. West 25th Floor MONTREAL, Quebec Canada, H3B 5C9		PCT WRITTEN OPINION OF THE INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY (PCT Rule 43bis.1)	
		Date of mailing (day/month/year) 15 March 2006 (15-03-2006)	
Applicant's or agent's file reference 10660-041 ✓		FOR FURTHER ACTION See paragraph 2 below	
International application No. PCT/CA2006/000048	International filing date (day/month/year) 13 January 2006 (13-01-2006)	Priority date (day/month/year) 13 January 2005 (13-01-2005)	
International Patent Classification (IPC) or both national classification and IPC IPC: B02C 4/02 (2006.01) , B01J 20/22 (2006.01)			
BCF S.E.N.C.R.L./LLP			
Applicant LE GROUPE LYSAC INC.ET AL		16 MARS 2006	
		RECU/RECEIVED	
1. This opinion contains indications relating to the following items :			
☒	Box No. I	Basis of the opinion	
☐	Box No. II	Priority	
☐	Box No. III	Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability	
☐	Box No. IV	Lack of unity of invention	
☒	Box No. V	Reasoned statement under Rule 43bis.1(a)(i) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement	
☐	Box No. VI	Certain documents cited	
☐	Box No. VII	Certain defects in the international application	
☐	Box No. VIII	Certain observations on the international application	
2. FURTHER ACTION If a demand for international preliminary examination is made, this opinion will be considered to be a written opinion of the International Preliminary Examining Authority ("IPEA") except that this does not apply where the applicant chooses an Authority other than this one to be the IPEA and the chosen IPEA has notified the International Bureau under Rule 66.1bis(b) that written opinions of this International Searching Authority will not be so considered. If this opinion is, as provided above, considered to be a written opinion of the IPEA, the applicant is invited to submit to the IPEA a written reply together, where appropriate, with amendments, before the expiration of 3 months from the date of mailing of Form PCT/ISA/220 or before the expiration of 22 months from the priority date, whichever expires later. For further options, see Form PCT/ISA/220.			
3. For further details, see notes to Form PCT/ISA/220.			
Name and mailing address of the ISA/CA Canadian Intellectual Property Office Place du Portage I, C114 - 1st Floor, Box PCT 50 Victoria Street Gatineau, Quebec K1A 0C9 Facsimile No.: 001(819)953-2476		Date of completion of this opinion 14 March 2006 (14-03-2006)	Authorized officer Simon Webster (819) 956-6135

69

WRITTEN OPINION OF THE
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

International application No.
PCT/CA2006/000048

68

Box No. I Basis of this opinion

1. With regard to the **language**, this opinion has been established on the basis of:

☒ the international application in the language in which it was filed

☐ a translation of the international application into _____, which is the language of a translation furnished for the purposes of international search (Rules 12.3(a) and 23.1(b)).
2. With regard to any **nucleotide and/or amino acid sequence** disclosed in the international application and necessary to the claimed invention, this opinion has been established on the basis of:
 - a. type of material

☐ a sequence listing

☐ table(s) related to the sequence listing
 - b. format of material

☐ on paper

☐ in electronic form
 - c. time of filing/furnishing

☐ contained in the international application as filed.

☐ filed together with the international application in electronic form

☐ furnished subsequently to this Authority for the purposes of search.
- 3 ☐ In addition, in the case that more than one version or copy of a sequence listing and/or table(s) relating thereto has been filed or furnished, the required statement that the information in the subsequent or additional copies is identical to that in the application as filed or does not go beyond the application as filed, as appropriate, were furnished.
4. Additional comments :

70

WRITTEN OPINION OF THE
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

International application No.
PCT/CA2006/000048

69

Box No. V Reasoned statement under Rule 43bis.1(a)(i) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims <u>1-25</u>	YES
	Claims <u>None</u>	NO
Inventive step (IS)	Claims <u>1-25</u>	YES
	Claims <u>None</u>	NO
Industrial applicability (IA)	Claims <u>1-25</u>	YES
	Claims <u>None</u>	NO

2. Citations and explanations :

D1: US4232047 (SAIR et al.) November 4, 1980

Novelty (N)

Claims 1-25 comply with PCT Article 33(2). D1 is considered to be the closest prior art. D1 discloses the use of roll mills for grinding glass-like polysaccharides. D1 does not disclose the use of successive pairs of particle size-reducing rollers and the specification of a moisture content of the glass-like polysaccharides within the range of 0% to 13% to increase the efficiency of the size reduction treatment.

Inventive step (IS)

Claims 1-25 comply with PCT Article 33(3). D1 is considered to be the closest prior art. D1 discloses the use of roll mills for grinding glass-like polysaccharides. Claims 1-25 are considered to involve an inventive step since, having regard to the prior art, it is not, at the prescribed relevant date, obvious to a person skilled in the art to use successive pairs of particle size-reducing rollers and the specification of a moisture content of the glass-like polysaccharides within the range of 0% to 13% to increase the efficiency of the size reduction treatment.

Industrial applicability (IA)

The subject matter of claims 1-25 is considered to be industrially applicable and thus fulfills the requirements of PCT Article 33(4).

21

PCT

REQUEST

The undersigned requests that the present international application be processed according to the Patent Cooperation Treaty.

For receiving Office use only

International Application No.

International Filing Date

Name of receiving Office and "PCT International Application"

Applicant's or agent's file reference
(if desired) (12 characters maximum) 10660-041

Box No. I TITLE OF INVENTION	
PROCESS FOR PARTICLE SIZE REDUCTION OF GLASS-LIKE POLYSACCHARIDES	
Box No. II APPLICANT ☐ This person is also inventor	
Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)	Telephone No. 450-449-8688
LE GROUPE LYSAC INC. 75, J.-Armand Bombardier Boucherville, Québec J4B 8P1 CANADA	Facsimile No. 450-449-8684
	Teleprinter No.
	Applicant's registration No. with the Office
State (that is, country) of nationality: CA	State (that is, country) of residence: CA
This person is applicant for the purposes of: ☐ all designated States ☒ all designated States except the United States of America ☐ the United States of America only ☐ the States indicated in the Supplemental Box	
Box No. III FURTHER APPLICANT(S) AND/OR (FURTHER) INVENTOR(S)	
Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)	This person is:
CHEVIGNY, Stéphane 121 Félix-Mesnard Varennnes, Québec J3X 1L4 CANADA	☐ applicant only
	☒ applicant and inventor
	☐ inventor only (If this check-box is marked, do not fill in below.)
Applicant's registration No. with the Office	
State (that is, country) of nationality: CA	State (that is, country) of residence: CA
This person is applicant for the purposes of: ☐ all designated States ☐ all designated States except the United States of America ☒ the United States of America only ☐ the States indicated in the Supplemental Box	
☐ Further applicants and/or (further) inventors are indicated on a continuation sheet.	
Box No. IV AGENT OR COMMON REPRESENTATIVE; OR ADDRESS FOR CORRESPONDENCE	
The person identified below is hereby/has been appointed to act on behalf of the applicant(s) before the competent International Authorities as: ☒ agent ☐ common representative	
Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country.)	Telephone No. 514-397-6906
FORGET, Janique; PRINCE, Gaétan; KOSIE, Ronald S.; BRITT, Katherine; VOULOUMANOS, Tom; LUPIEN, Marc BCF LLP 1100 René-Lévesque Blvd. West, 25th Floor Montréal, Québec H3B 5C9 CANADA	Facsimile No. 514-397-8515
	Teleprinter No.
	Agent's registration No. with the Office
☐ Address for correspondence: Mark this check-box where no agent or common representative is/has been appointed and the space above is used instead to indicate a special address to which correspondence should be sent.	

Box No. V DESIGNATIONS

The filing of this request constitutes under Rule 4.9(a), the designation of all Contracting States bound by the PCT on the international filing date, for the grant of every kind of protection available and, where applicable, for the grant of both regional and national patents.

However,

- ☐ DE Germany is not designated for any kind of national protection
- ☐ KR Republic of Korea is not designated for any kind of national protection
- ☐ RU Russian Federation is not designated for any kind of national protection

(The check-boxes above may be used to exclude (irrevocably) the designations concerned in order to avoid the ceasing of the effect, under the national law, of an earlier national application from which priority is claimed. See the Notes to Box No. V as to the consequences of such national law provisions in these and certain other States.)

Box No. VI PRIORITY CLAIM

The priority of the following earlier application(s) is hereby claimed:

Filing date of earlier application (day/month/year)	Number of earlier application	Where earlier application is:		
		national application: country or Member of WTO	regional application:* regional Office	international application: receiving Office
item (1) 13.January.2005 (13.01.2005)	2,492,884	CA		
item (2)				
item (3)				

☐ Further priority claims are indicated in the Supplemental Box.

The receiving Office is requested to prepare and transmit to the International Bureau a certified copy of the earlier application(s) (only if the earlier application was filed with the Office which for the purposes of this international application is the receiving Office) identified above as:

☐ all items ☒ item (1) ☐ item (2) ☐ item (3) ☐ other, see Supplemental Box

* Where the earlier application is an ARIPO application, indicate at least one country party to the Paris Convention for the Protection of Industrial Property or one Member of the World Trade Organization for which that earlier application was filed (Rule 4.10(b)(ii)):

Box No. VII INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

Choice of International Searching Authority (ISA) (if two or more International Searching Authorities are competent to carry out the international search, indicate the Authority chosen; the two-letter code may be used):

ISA / CA

Request to use results of earlier search; reference to that search (if an earlier search has been carried out by or requested from the International Searching Authority):

Date (day/month/year)

Number

Country (or regional Office)

Box No. VIII DECLARATIONS

The following declarations are contained in Boxes Nos. VIII (i) to (v) (mark the applicable check-boxes below and indicate in the right column the number of each type of declaration):

Number of
declarations

- | | | |
|---|--|---|
| ☐ Box No. VIII (i) | Declaration as to the identity of the inventor | : |
| ☐ Box No. VIII (ii) | Declaration as to the applicant's entitlement, as at the international filing date, to apply for and be granted a patent | : |
| ☐ Box No. VIII (iii) | Declaration as to the applicant's entitlement, as at the international filing date, to claim the priority of the earlier application | : |
| ☐ Box No. VIII (iv) | Declaration of inventorship (only for the purposes of the designation of the United States of America) | : |
| ☐ Box No. VIII (v) | Declaration as to non-prejudicial disclosures or exceptions to lack of novelty | : |

Box No. IX CHECK LIST; LANGUAGE OF FILING		
This international application contains: (a) in paper form, the following number of sheets: request (including declaration sheets) : 3 description (excluding sequence listing and/or tables related thereto) : 22 claims : 4 abstract : 1 drawings : 2 Sub-total number of sheets : 32 sequence listing : tables related thereto : <i>(for both, actual number of sheets if filed in paper form, whether or not also filed in computer readable form; see (c) below)</i> Total number of sheets : 32 (b) ☐ only in computer readable form (Section 801(a)(i)) (i) ☐ sequence listing (ii) ☐ tables related thereto (c) ☐ also in computer readable form (Section 801(a)(ii)) (i) ☐ sequence listing (ii) ☐ tables related thereto Type and number of carriers (diskette, CD-ROM, CD-R or other) on which are contained the ☐ sequence listing: ☐ tables related thereto: <i>(additional copies to be indicated under items 9(ii) and/or 10(ii), in right column)</i>	This international application is accompanied by the following item(s) <i>(mark the applicable check-boxes below and indicate in right column the number of each item):</i> 1. ☒ fee calculation sheet : 1 2. ☐ original separate power of attorney : 3. ☐ original general power of attorney : 4. ☐ copy of general power of attorney; reference number, if any: : 5. ☐ statement explaining lack of signature : 6. ☐ priority document(s) identified in Box No. VI as item(s): : 7. ☐ translation of international application into <i>(language):</i> : 8. ☐ separate indications concerning deposited microorganism or other biological material : 9. ☐ sequence listing in computer readable form <i>(indicate type and number of carriers)</i> (i) ☐ copy submitted for the purposes of international search under Rule 13ter only (and not as part of the international application) : (ii) ☐ <i>(only where check-box (b)(i) or (c)(i) is marked in left column)</i> additional copies including, where applicable, the copy for the purposes of international search under Rule 13ter : (iii) ☐ together with relevant statement as to the identity of the copy or copies with the sequence listing mentioned in left column : 10. ☐ tables in computer readable form related to sequence listing <i>(indicate type and number of carriers)</i> (i) ☐ copy submitted for the purposes of international search under Section 802(b-quater) only (and not as part of the international application) : (ii) ☐ <i>(only where check-box (b)(ii) or (c)(ii) is marked in left column)</i> additional copies including, where applicable, the copy for the purposes of international search under Section 802(b-quater) : (iii) ☐ together with relevant statement as to the identity of the copy or copies with the tables mentioned in left column : 11. ☐ other <i>(specify):</i> :	Number of items
Figure of the drawings which should accompany the abstract: 1	Language of filing of the international application: ENGLISH	
Box No. X SIGNATURE OF APPLICANT, AGENT OR COMMON REPRESENTATIVE <i>Next to each signature, indicate the name of the person signing and the capacity in which the person signs (if such capacity is not obvious from reading the request).</i> BCF LLP by:  Janique FORGER		

For receiving Office use only	
1. Date of actual receipt of the purported international application:	2. Drawings: ☐ received:
3. Corrected date of actual receipt due to later but timely received papers or drawings completing the purported international application:	☐ not received:
4. Date of timely receipt of the required corrections under PCT Article 11(2):	6. ☐ Transmittal of search copy delayed until search fee is paid
5. International Searching Authority (if two or more are competent): ISA /	

For International Bureau use only
Date of receipt of the record copy by the International Bureau:

73

This sheet is not part of and does not count as a sheet of the international application.

PCT

FEE CALCULATION SHEET

Annex to the Request

For receiving Office use only

International Application No.

Date stamp of the receiving Office

Applicant's or agent's
file reference

10660-041

Applicant

LE GROUPE LYSAC INC. et al.

CALCULATION OF PRESCRIBED FEES

1. TRANSMITTAL FEE 300 T

2. SEARCH FEE 1600 S

International search to be carried out by CA
(If two or more International Searching Authorities are competent to carry out the international search, indicate the name of the Authority which is chosen to carry out the international search.)

3. INTERNATIONAL FILING FEE

Where items (b) and/or (c) of Box No. IX apply, enter Sub-total number of sheets } 32
Where items (b) and (c) of Box No. IX do not apply, enter Total number of sheets }

i1 first 30 sheets 1273 i1

i2 2 x 14 = 28 i2
number of sheets in excess of 30 fee per sheet

i3 additional component (only if sequence listing and/or tables related thereto are filed in computer readable form under Section 801(a)(i), or both in that form and on paper, under Section 801(a)(ii)):

400 x = i3
fee per sheet

Add amounts entered at i1, i2 and i3 and enter total at I 1301 I

(Applicants from certain States are entitled to a reduction of 75% of the international filing fee. Where the applicant is (or all applicants are) so entitled, the total to be entered at I is 25% of the international filing fee.)

4. FEE FOR PRIORITY DOCUMENT (if applicable) P

5. TOTAL FEES PAYABLE 3201

Add amounts entered at T, S, I and P, and enter total in the TOTAL box

TOTAL

MODE OF PAYMENT

- ☐ authorization to charge deposit account (see below) ☐ postal money order ☐ cash ☐ coupons
☐ cheque ☐ bank draft ☐ revenue stamps ☒ other (specify): credit card

AUTHORIZATION TO CHARGE (OR CREDIT) DEPOSIT ACCOUNT

(This mode of payment may not be available at all receiving Offices)

- ☐ Authorization to charge the total fees indicated above.
☐ (This check-box may be marked only if the conditions for deposit accounts of the receiving Office so permit) Authorization to charge any deficiency or credit any overpayment in the total fees indicated above.
☐ Authorization to charge the fee for priority document.

Receiving Office: RO/

Deposit Account No.:

Date:

Name:

Signature:

23

24

PATENT COOPERATION TREATY
PCT
INTERNATIONAL SEARCH REPORT
(PCT Article 18 and Rules 43 and 44)

Applicant's or agent's file reference 10660-041	FOR FURTHER ACTION see Form PCT/ISA/220 as well as, where applicable, item 5 below	
International application No. PCT/CA2006/000048	International filing date (<i>day/month/year</i>) 13 January 2006 (13-01-2006)	(Earliest) Priority date (<i>day/month/year</i>) 13 January 2005 (13-01-2005)
Applicant LE GROUPE LYSAC INC. ET AL		

This international search report has been prepared by this International Searching Authority and is transmitted to the applicant according to Article 18. A copy is being transmitted to the International Bureau.

This international search report consists of a total of 3 sheets.

☒ It is also accompanied by a copy of each prior art document cited in this report.

1. Basis of the report

a. With regard to the **language**, the international search was carried out on the basis of:

☒ the international application in the language in which it was filed

☐ a translation of the international application into _____, which is the language of a translation furnished for the purposes of international search (Rules 12.3(a) and 23.1(b))

b. ☐ With regard to any **nucleotide and/or amino acid sequence** disclosed in the international application, see Box No. I

2. ☐ **Certain claims were found unsearchable** (see Box No. II)

3. ☐ **Unity of invention is lacking** (see Box No. III)

4. With regard to the **title**,

☒ the text is approved as submitted by the applicant

☐ the text has been established by this Authority to read as follows :

5. With regard to the **abstract**,

☒ the text is approved as submitted by the applicant

☐ the text has been established, according to Rule 38.2(b), by this Authority as it appears in Box No. IV. The applicant may, within one month from the date of mailing of this international search report, submit comments to this Authority

6. With regard to the **drawings**,

a. the figure of the **drawings** to be published with the abstract is Figure No. 1

☒ as suggested by the applicant

☐ as selected by this Authority, because the applicant failed to suggest a figure

☐ as selected by this Authority, because this figure better characterizes the invention

b. ☐ none of the figures is to be published with the abstract

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CA2006/000048

25

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC: B02C 4/02 (2006.01) , B01J 20/22 (2006.01) 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) IPC: B02C 4/02 (2006.01) , B01J 20/22 (2006.01), A23B9/00 (2006.01) USPC: 426/93, 426/96, 426/103, 241/29														
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched														
Electronic database(s) consulted during the international search (name of database(s) and, where practicable, search terms used) Delphion, Canadian Patents Database, USPTO Keywords: moisture, polysaccharide, glass*														
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT														
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.												
A	US4232047 (SAIR et al.) November 4, 1980 *Entire Document*	1												
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.														
<table border="0"> <tr> <td>* Special categories of cited documents :</td> <td>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</td> </tr> <tr> <td>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</td> <td>"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</td> </tr> <tr> <td>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</td> <td>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</td> </tr> <tr> <td>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</td> <td>"&" document member of the same patent family</td> </tr> <tr> <td>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</td> <td></td> </tr> <tr> <td>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</td> <td></td> </tr> </table>			* Special categories of cited documents :	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention	"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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	"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art	"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family	"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	
* Special categories of cited documents :	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention													
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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													
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art													
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family													
"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														
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report												
2 March 2006 (02-03-2006)		15 March 2006 (15-03-2006)												
Name and mailing address of the ISA/CA Canadian Intellectual Property Office Place du Portage I, C114 - 1st Floor, Box PCT 50 Victoria Street Gatineau, Quebec K1A 0C9 Facsimile No.: 001(819)953-2476		Authorized officer Simon Webster (819) 956-6135												

27

27

From the INTERNATIONAL BUREAU

REQU / RECEIVED

PCT

SECOND AND SUPPLEMENTARY NOTICE
INFORMING THE APPLICANT OF THE
COMMUNICATION OF THE INTERNATIONAL
APPLICATION (TO DESIGNATED OFFICES
WHICH APPLY THE 30 MONTH TIME
LIMIT UNDER ARTICLE 22(1))

(PCT Rule 47.1(c))

Date of mailing (day/month/year) 18 May 2007 (18.05.2007)		To: FORGET, Janique BCF LLP 1100 René-Lévesque Blvd. West 25th Floor Montréal, Québec H3B 5C9 CANADA		28 MAI 2007 BCF S.E.N.C.R.L. / LLP	
Applicant's or agent's file reference 10660-041		IMPORTANT NOTICE			
International application No. PCT/CA2006/000048	International filing date (day/month/year) 13 January 2006 (13.01.2006)	Priority date (day/month/year) 13 January 2005 (13.01.2005)			
Applicant ARCHER-DANIELS-MIDLAND COMPANY et al					

- ATTENTION:** For any designated Office(s), for which the time limit under Article 22(1), as in force from 1 April 2002 (30 months from the priority date), **does not apply**, please see Form PCT/IB/308(First Notice) issued previously.
- Notice is hereby given that the following designated Office(s), for which the time limit under Article 22(1), as in force from 1 April 2002, **does apply**, has/have requested that the communication of the international application, as provided for in Article 20, be effected under Rule 93bis.1. The International Bureau has effected that communication on the date indicated below:
20 July 2006 (20.07.2006)

AU, AZ, BY, CN, CO, DZ, EP, HU, KG, KP, KR, MD, MK, MZ, NA, NG, PG, RU, SY, TM, US

In accordance with Rule 47.1(c-bis)(i), those Offices will accept the present notice as conclusive evidence that the communication of the international application has duly taken place on the date of mailing indicated above and no copy of the international application is required to be furnished by the applicant to the designated Office(s).

- The following designated Offices, for which the time limit under Article 22(1), as in force from 1 April 2002, **does apply**, have not requested, as at the time of mailing of the present notice, that the communication of the international application be effected under Rule 93bis.1:

AE, AG, AL, AM, AP, AT, BA, BB, BG, BR, BW, BZ, CA, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, EA, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KM, KN, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LV, LY, MA, MG, MN, MW, MX, NI, NO, NZ, OA, OM, PH, PL, PT, RO, SC, SD, SG, SK, SL, SM, TJ, TN, TR, TT, UA, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

In accordance with Rule 47.1(c-bis)(ii), those Offices accept the present notice as conclusive evidence that the Contracting State for which that Office acts as a designated Office does not require the furnishing, under Article 22, by the applicant of a copy of the international application.

4. TIME LIMITS for entry into the national phase

For the designated or elected Office(s) listed above, the applicable time limit for entering the national phase will, **subject to what is said in the following paragraph**, be **30 MONTHS** from the priority date.

In practice, **time limits other than the 30-month time limit** will continue to apply, for various periods of time, in respect of certain of the designated or elected Office(s) listed above. For **regular updates on the applicable time limits** (30 or 31 months, or other time limit), Office by Office, refer to the *PCT Gazette*, the *PCT Newsletter* and the *PCT Applicant's Guide*, Volume II, National Chapters, all available from WIPO's Internet site, at <http://www.wipo.int/pct/en/index.html>.

It is the applicant's **sole responsibility** to monitor all these time limits.

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Athina Nickitas-Etienne
Facsimile No. +41 22 338 82 70	e-mail: pt04.pct@wipo.int

28

78

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCT

FIRST NOTICE INFORMING THE APPLICANT OF
THE COMMUNICATION OF THE INTERNATIONAL
APPLICATION (TO DESIGNATED OFFICES WHICH
DO NOT APPLY THE 30 MONTH TIME LIMIT
UNDER ARTICLE 22(1))

(PCT Rule 47.1(c))

To:

FORGET, Janique
BCF LLP
1100 René-Lévesque Blvd. West
25th Floor
Montréal, Québec H3B 5C9
CANADA

RECEIVED / RÉÇU
24 AOÛT 2006
BOFS.E.N.C.R.L./LLP

Date of mailing (day/month/year) 17 August 2006 (17.08.2006)		
Applicant's or agent's file reference 10660-041		IMPORTANT NOTICE
International application No. PCT/CA2006/000048	International filing date (day/month/year) 13 January 2006 (13.01.2006)	Priority date (day/month/year) 13 January 2005 (13.01.2005)
Applicant LE GROUPE LYSAC INC. et al		

- ATTENTION:** For any designated Office(s), for which the time limit under Article 22(1), as in force from 1 April 2002 (30 months from the priority date), **does apply**, please see Form PCT/IB/308(Second and Supplementary Notice) (to be issued promptly after the expiration of 28 months from the priority date).
- Notice is hereby given that the following designated Office(s), for which the time limit under Article 22(1), as in force from 1 April 2002, **does not apply**, has/have requested that the communication of the international application, as provided for in Article 20, be effected under Rule 93bis.1. The International Bureau has effected that communication on the date indicated below:
20 July 2006 (20.07.2006)

CH

In accordance with Rule 47.1(c-bis)(i), those Offices will accept the present notice as conclusive evidence that the communication of the international application has duly taken place on the date of mailing indicated above and no copy of the international application is required to be furnished by the applicant to the designated Office(s).

- The following designated Offices, for which the time limit under Article 22(1), as in force from 1 April 2002, **does not apply**, have not requested, as at the time of mailing of the present notice, that the communication of the international application be effected under Rule 93bis.1:

LU, SE, TZ, UG, ZM

In accordance with Rule 47.1(c-bis)(ii), those Offices accept the present notice as conclusive evidence that the Contracting State for which that Office acts as a designated Office does not require the furnishing, under Article 22, by the applicant of a copy of the international application.

4. TIME LIMITS for entry into the national phase

For the designated Office(s) listed above, and unless a demand for international preliminary examination has been filed before the expiration of **19 months** from the priority date (see Article 39(1)), the applicable time limit for entering the national phase will, **subject to what is said in the following paragraph**, be **20 MONTHS** from the priority date.

In practice, **time limits other than the 20-month time limit** will continue to apply, for various periods of time, in respect of certain of the designated Offices listed above. For **regular updates on the applicable time limits** (20 or 21 months, or other time limit), Office by Office, refer to the *PCT Gazette*, the *PCT Newsletter* and the *PCT Applicant's Guide*, Volume II, National Chapters, all available from WIPO's Internet site, at <http://www.wipo.int/pct/en/index.html>.

It is the applicant's **sole responsibility** to monitor all these time limits.

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Athina Nickitas-Etienne
Facsimile No. +41 22 338 82 70	e-mail: pt04@wipo.int

8

CORRECTED VERSION

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCT

NOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

To:

FORGET, Janique
BCF LLP
1100 René-Lévesque Blvd. West
25th Floor
Montréal, Québec H3B 5C9
CANADA

Date of mailing (day/month/year) 28 November 2006 (28.11.2006)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference 10660-041	
International application No. PCT/CA2006/000048	International filing date (day/month/year) 13 January 2006 (13.01.2006)

1. The following indications appeared on record concerning:

☒ the applicant ☐ the inventor ☐ the agent ☐ the common representative

Name and Address

LE GROUPE LYSAC INC.
75, J.-Armand Bombardier
Boucherville, Québec J4B 8P1
Canada

State of Nationality

CA

State of Residence

CA

Telephone No.

Facsimile No.

Teleprinter No.

2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:

☐ the person ☐ the name ☐ the address ☒ the nationality ☐ the residence

Name and Address

ARCHER-DANIELS-MIDLAND COMPANY
4666 Faries Parkway
Decatur, Illinois 65526
United States of America

State of Nationality

US

State of Residence

US

Telephone No.

Facsimile No.

Teleprinter No.

3. Further observations, if necessary:

4. A copy of this notification has been sent to:

☒ the receiving Office	☒ the designated Offices concerned
☐ the International Searching Authority	☐ the elected Offices concerned
☐ the International Preliminary Examining Authority	☐ other:

The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland

Authorized officer

Mandallaz Stephane

Facsimile No. +41 22 338 82 70

Facsimile No. +41 22 338 89 95
Telephone No. +41 22 338 96 61

80

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCTNOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

RECU / RECEIVED

09 NOV. 2006

BCF s.e.n.c.r.l. /LLP

To:

FORGET, Janique
BCF LLP
1100 René-Lévesque Blvd. West
25th Floor
Montréal, Québec H3B 5C9
CANADA

Date of mailing (day/month/year) 01 November 2006 (01.11.2006)
Applicant's or agent's file reference 10660-041
International application No. PCT/CA2006/000048

IMPORTANT NOTIFICATION
International filing date (day/month/year) 13 January 2006 (13.01.2006)

1. The following indications appeared on record concerning:

☒ the applicant

 ☐ the inventor

 ☐ the agent

 ☐ the common representative

Name and Address LE GROUPE LYSAC INC. 75, J.-Armand Bombardier Boucherville, Québec J4B 8P1 Canada	State of Nationality CA	State of Residence CA
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	Teleprinter No.	

2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:

☐ the person

 ☒ the name

 ☒ the address

 ☐ the nationality

 ☒ the residence

Name and Address ARCHER-DANIELS-MIDLAND COMPANY 4666 Faries Parkway Decatur, Illinois 65526 United States of America	State of Nationality CA	State of Residence US
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	Teleprinter No.	

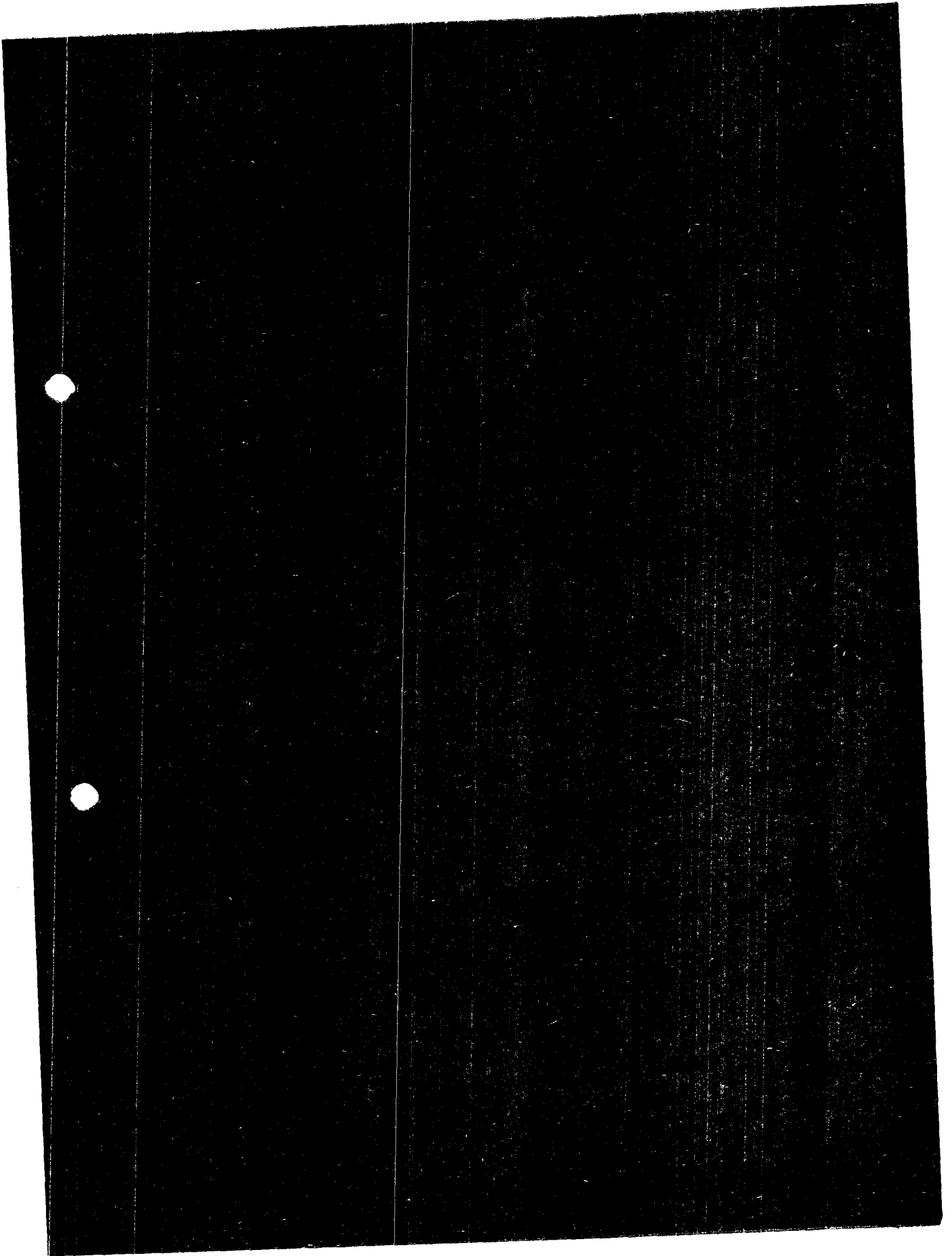
3. Further observations, if necessary:

4. A copy of this notification has been sent to:

☒ the receiving Office	☒ the designated Offices concerned
☐ the International Searching Authority	☐ the elected Offices concerned
☐ the International Preliminary Examining Authority	☐ other:

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Mandallaz Stephane
Facsimile No. +41 22 338 82 70	Facsimile No. +41 22 338 89 95 Telephone No. +41 22 338 96 61

82





No. 07-076851- -00000-0J00

Fecha: 2007-07-27 14:41:33 Dep. 2020 NUECREACIONES
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 379 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 83



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

08
83

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
RODRIGUEZ DILIA MARIA

REFERENCIA	Radicación No.	7 76851
	Solicitud internacional	PCT/CA2006/000048
	Fecha inicio fase nacional	13/08/2007
	Trámite	11
	Evento	379
	Actuación	430
	Oficio No.	10188

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. Cuando se trate de documentos otorgados en el extranjero, deben legalizarse de conformidad con lo dispuesto por los artículos 259 y 260 del Código de Procedimiento Civil.

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.

3. El solicitante debe aclarar si la solicitud corresponde al capítulo I o II del PCT por que la indicación en el petitorio no corresponde a los documentos del expediente, en caso necesario adjuntar los documentos que corresponden.

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 Unica No.10 de 2001.

Continua en la página siguiente...