



**FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT**

ENTRADA EN FASE NACIONAL

20 dic 2007

1) SOLICITUD DE:
☒ Patente de invención ☐ Patente de Modelo de Utilidad

☒ Capítulo I. ☒ Capítulo II.

2) SOLICITANTE
(71)

Nombre: OMYA DEVELOPMENT
AG

Dirección: 42 Baslerstrasse, CH-
4665 Oftringen, Suiza

Nacionalidad o domicilio: Oftringen,
Suiza

Lugar de constitución: Suiza

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NIT: ☐

C.E. ☐ OTRO ☐

NÚMERO Cual _____

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. BURI, Matthias; 2. GLIESE, Thoralf
Dirección: 1. Mättelinweg 20, CHG-4852 Rothrist, Suiza; 2.
Hohmattrain 6 CH-6033 BUCHRAIN, Suiza
Nacionalidad o Domicilio: 1. Suizo, 2. Aleman

5) PCT (86)

Solicitud Internacional No. PCT/IB2006/001321

Fecha: Mayo 11, 2006

Publicación Internacional No. WO2006/123235 A1

Fecha: Nov. 23, 2006

6) Título (54) MATERIAS MINERALES QUE CONTIENEN CARBONATO CON
EMISIÓN DE GAS CARBÓNICO COMBUSTIBLE FÓSIL REDUCIDA DURANTE SUS
DESCOMPOSICIONES. ASÍ COMO SU PROCESO DE SÍNTESIS Y SUS
UTILIZACIONES

7) Clasificación Internacional: C01B 31/24 C01F 11/18 C09D 11/00 C09D 7/12 C08K
3/26 D21H 19/38 A61K 33/10 A23L 1/03

8) PRIORIDAD

33) País de Origen

(32) Fecha

(31) Número de
Solicitud

SI ☒ NO ☐

Francia

Mayo 20, 2005

05/05053

Francia

Nov. 25, 2005

05/11921

9) Comprobante de pago N°. 07-93.041 Nov. 15, 2007

11/20, 525

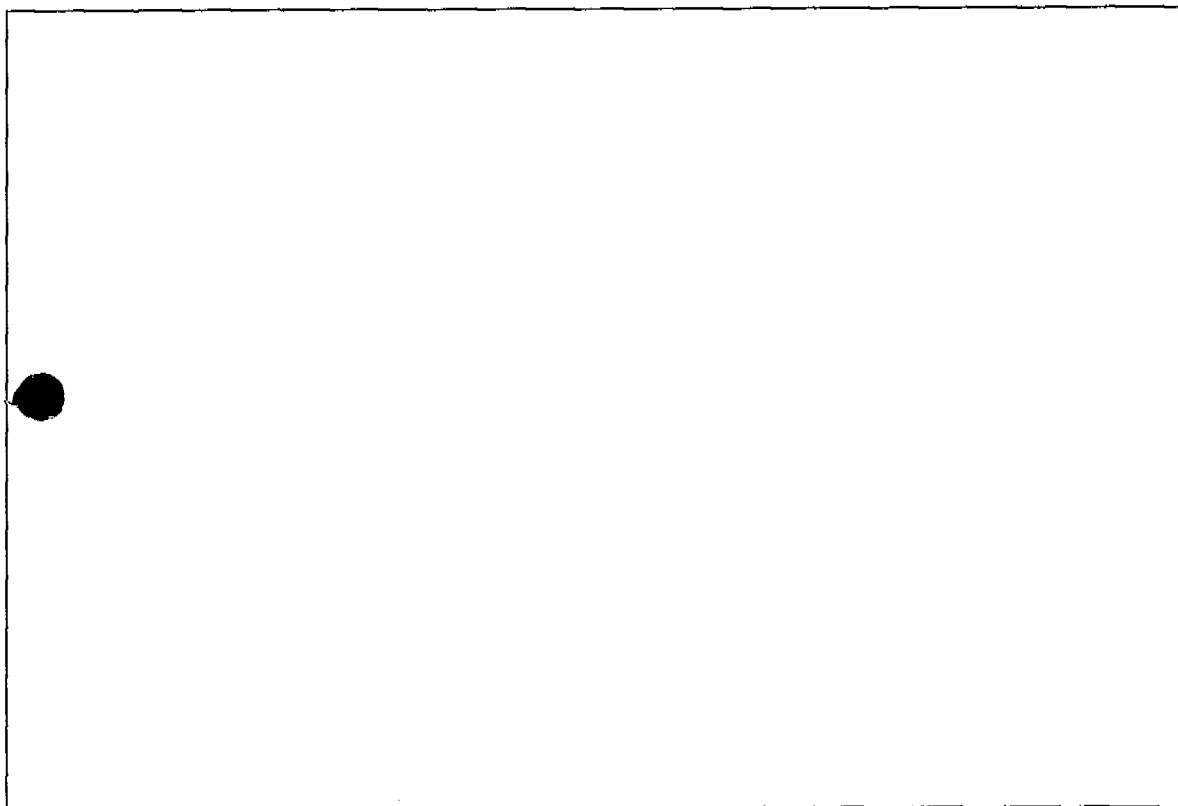
10)

ANEXOS

2

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud
- ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad
- ☐ Documento que acredita 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

11) FIGURA CARACTERISTICA:



12) Solicitud concesión de la patente,

NOMBRE: DILIA RODRÍGUEZ D'ALEMAN

FIRMA:

C.C. 41.654.882 de Bogota TP 20824 CSJ

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 07-121376- -00000-0000

Fecha: 2007-11-16 17:26:06

Dep. 2020 NUECREACIONE

Tra. 11 PATENTEIYII

Eva: 379 FASENACIONALII

Act. 411 PRESENTACION

Folios: 115

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 07 - 93,041

FECHA : NOVIEMBRE 15 DE 2007

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
MARKET MODET Y CO. COLOMBIA	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	71030246	15/11/2007	28,740,000.00

***** CONCEPTO *****

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

SON: CUATROCIENTOS OCHENTA Y DOS MIL PESOS

3

7

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

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
23 novembre 2006 (23.11.2006)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2006/123235 A1

(51) Classification internationale des brevets :

C01B 31/24 (2006.01) C08K 3/26 (2006.01)
C01F 11/18 (2006.01) D21H 19/38 (2006.01)
C09D 11/00 (2006.01) A61K 33/10 (2006.01)
C09D 7/12 (2006.01) A23L 1/03 (2006.01)

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : 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.

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/IB2006/001321

(22) Date de dépôt international : 11 mai 2006 (11.05.2006)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :

05/05053 20 mai 2005 (20.05.2005) FR
05/11921 25 novembre 2005 (25.11.2005) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : OMYA
DEVELOPMENT AG [CH/CH]; 42 Baslerstrasse,
CH-4665 Oftringen (CH).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : BURI,
Matthias [CH/CH]; Mitteliweg 20, CH-4852 Rothrist
(CH). GLIESE, Thoralf [DE/CH]; Feldheimstrasse 6,
CH-6033 Buchrain (CH).

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

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SI, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IL, 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).

Publiée :

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

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

(54) Title: MINERAL MATERIALS CONTAINING CARBONATE WITH REDUCED EMISSION OF COMBUSTIBLE FOSSIL CARBONACEOUS GAS ON DECOMPOSITION THEREOF AND METHOD FOR PRODUCTION AND USE THEREOF

(54) Titre : MATIÈRES MINÉRALES CONTENANT DU CARBONATE À ÉMISSION EN GAZ CARBONIQUE COMBUSTIBLE FOSSILE RÉDUITE LORS DE LEURS DÉCOMPOSITIONS AINSI QUE LEUR PROCÉDE DE SYNTHÈSE ET LEURS UTILISATIONS

(57) Abstract: The invention relates to a novel synthetic mineral material containing carbonate the decomposition of which reduces the level of emission of combustible fossil carbonaceous fuel. The invention further relates to batch, batch/continuous or continuous production thereof, and the uses thereof in pharmaceuticals, animal or human foodstuffs, or the paper industry, in particular for the production of paper, bulking, coating or any other paper surface treatment and aqueous or non-aqueous paints, plastic materials such as breathable polyethylene films or printing inks.

(57) Abrégé : L'invention une nouvelle matière minérale synthétique contenant du carbonate dont la décomposition réduit le taux d'émission de gaz carbonique combustible fossile. Elle concerne également sa fabrication en batch, en batch-continu ou en continu ainsi que ses utilisations dans le domaine pharmaceutique, le domaine de l'alimentation humaine ou animale, ou encore le domaine papetier avec notamment la fabrication du papier, la masse ou le couchage ou encore tout autre traitement de surface du papier ainsi que les domaines des peintures aqueuses ou non aqueuses ainsi que le domaine des matières plastiques tels que celui des films de polyéthylène respirables ou encore le domaine des encres d'impression.

WO 2006/123235 A1

5

1

MATIERES MINERALES CONTENANT DU CARBONATE A EMISSION EN GAZ
CARBONIQUE COMBUSTIBLE FOSSILE REDUITE LORS DE LEURS
DECOMPOSITIONS AINSI QUE LEUR PROCEDE DE SYNTHESE ET LEURS
UTILISATIONS

5

La présente invention concerne le domaine des matières minérales (charges et / ou pigments minéraux) contenant du carbonate ainsi que leurs secteurs d'application.

10

Dans ces secteurs d'application, que sont le domaine pharmaceutique avec notamment des produits tels que les médicaments, le domaine de l'alimentation humaine ou animale, ou encore le domaine papetier avec notamment la fabrication du papier, la masse ou le couchage ou encore tout autre traitement de surface du papier ainsi que les
15 domaines des peintures aqueuses ou non aqueuses ainsi que le domaine des matières plastiques comme notamment les charges pour film polyéthylène respirables ou encore le domaine des encres d'impression, il est courant d'utiliser avant, pendant ou après la production de ces divers produits, des matières minérales (charges et / ou pigments) naturelles ou synthétiques contenant du carbonate.

20

Dans le souci du respect de l'environnement et de la lutte contre l'effet de serre et dans le cadre de la Convention sur le changement climatique de notre planète, un protocole relatif aux émissions de gaz carbonique dans l'atmosphère a été signé à Kyoto le 11 décembre 1997 afin de réduire la quantité de ces émissions de gaz carbonique dans
25 l'atmosphère.

Dans le but de réduire ces émissions de gaz carbonique dont approximativement 80 % sont issues de la combustion du charbon, du pétrole ou du gaz naturel et dont 43 % résultent des émissions globales du secteur industriel, la Demanderesse a trouvé, après
30 de nombreuses recherches, d'une part de nouvelles matières minérales (charges et / ou pigments) qui n'émettent, lors de leur décomposition, que de faibles quantités de gaz carbonique combustible fossile et d'autre part leur procédé de synthèse.

5

A ce stade, il est à noter que par gaz carbonique combustible fossile, la Demanderesse entend le gaz carbonique provenant pour l'essentiel de la combustion des énergies fossiles telles que le charbon, le pétrole ou le gaz naturel ou de la calcination des minéraux.

5

Ainsi l'invention concerne une nouvelle matière minérale synthétique contenant du carbonate dont la décomposition réduit le taux d'émission de gaz carbonique combustible fossile.

10

Elle concerne également la fabrication de cette nouvelle matière minérale en batch, en cascades encore dit en continu ou en mélange continu-batch ainsi que ses utilisations dans les divers domaines que sont le domaine pharmaceutique, le domaine de l'alimentation humaine ou animale, ou encore le domaine papetier avec notamment la fabrication du papier, la masse ou le couchage ou encore tout autre traitement de surface du papier ainsi que les domaines des peintures aqueuses ou non aqueuses ainsi que le domaine des matières plastiques tels que notamment celui des films de polyéthylène respirables ou encore le domaine des encres d'impression.

20 Le problème qui se pose donc à l'homme du métier, à savoir respecter le protocole de Kyoto en terme d'émission de gaz carbonique dans l'atmosphère, n'a trouvé aucune solution satisfaisante dans l'art antérieur connu à ce jour par la Demanderesse.

25 En effet à ce jour, la Demanderesse connaît plus de 100 brevets relatifs à la synthèse de carbonate de calcium synthétique encore dénommé carbonate de calcium précipité, couramment dit "PCC". Ces brevets décrivent essentiellement soit des procédés de synthèse de carbonate de calcium synthétique, basés sur la calcination de carbonate de calcium naturel et la réutilisation du gaz carbonique dégagé, soit des procédés basés sur la réaction de la chaux et du gaz carbonique dont la source provient du charbon, du pétrole ou du gaz naturel. De plus, une grande majorité indique que la source du gaz carbonique n'a aucune influence sur le produit final obtenu.

30

Ainsi la Demanderesse peut, parmi ces nombreux brevets, citer les brevets américains US 6 251 356, US 6 666 953, US 6 579 410, US 6 540 870, US 6 540 878, US 6 475 459, US 6 440 209, US 6 221 146, US 6 416 727 ou encore les documents WO 01/17905, EP 0 799 797, EP 1 222 146 ou JP 08/252595 qui divulguent la synthèse de PCC par mise en œuvre de gaz carbonique provenant de la combustion d'énergie fossile sans parler de carbone 14 (^{14}C).

D'autre part une étude réalisée sur la réduction des émissions de gaz carbonique (Possibilities of reducing CO₂ Emissions in the Finnish Forest Industry, S.Siitonen & P. Ahtila, Otaniemi 2002 published by Finnish Forest, Industries Federation, Helsinki 9/2002) conduit l'homme du métier à envisager d'utiliser le gaz carbonique issu des fours à chaux pour fabriquer le PCC et réduire la quantité de gaz carbonique émis:

Ainsi, l'homme du métier qui doit trouver une solution pour diminuer l'émission de gaz carbonique provenant de la combustion d'énergie fossile n'avait pas à ce jour de solution le satisfaisant.

Face à ce problème, la Demanderesse a trouvé de manière inattendue que les matières minérales synthétiques contenant du carbonate ayant un taux élevé de carbone 14 (^{14}C) permettent de respecter le protocole de Kyoto grâce à la réduction de l'émission de gaz carbonique combustible fossile.

Ainsi, le premier but de l'invention est une nouvelle matière minérale synthétique contenant du carbonate ayant un taux élevé de carbone 14 (^{14}C).

Un autre but de l'invention est un procédé de fabrication des matières minérales synthétiques contenant du carbonate ayant un taux élevé de carbone 14 (^{14}C).

Un but supplémentaire de l'invention est l'utilisation des matières minérales synthétiques selon l'invention dans les domaines précités.

Dans toute la présente demande, il est à noter que par matière minérale, la Demanderesse entend pigment minéral et / ou charge minérale.

Ainsi, la matière minérale synthétique contenant du carbonate ayant un taux élevé de ^{14}C selon l'invention se caractérise en ce qu'elle a un taux de transformation nucléaire en carbone de ^{14}C en ^{12}C d'au moins 450 transformations par heure et par gramme, préférentiellement compris entre 700 et 890 transformations par heure et par gramme, très préférentiellement entre 850 et 890 transformations par heure et par gramme.

Dans toute la présente demande et dans les revendications, le taux de transformation nucléaire en carbone de ^{14}C en ^{12}C de la matière minérale synthétique s'effectue selon une méthode de détermination du taux de transformation nucléaire dont l'originalité réside dans l'étape de préparation de l'échantillon.

En effet, les méthodes classiques d'analyse du taux de transformation nucléaire en carbone de ^{14}C en ^{12}C connues jusqu'à ce jour sont basées sur une étape de préparation constituée d'une décomposition thermique à température élevée (environ 1000°C) par combustion ou calcination de l'échantillon à analyser puis de la collecte du gaz carbonique dégagé et piégé à basse température avant sa réduction, par hydrogénation catalytique, en atome de carbone élémentaire dont la composition en isotope $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ et $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ ainsi que ^{14}C est mesurée par un spectrophotomètre de masse.

Cependant, il s'avère que ces méthodes basées sur la décomposition thermique de l'échantillon à analyser ne permettent pas de différencier les sources du gaz carbonique, c'est-à-dire ne permettent pas de différencier le carbone provenant des phases organiques et des phases inorganiques ou minérales.

Aussi, la Demanderesse a mis au point une méthode de détermination du taux de transformation nucléaire caractérisée par une étape de préparation de l'échantillon au moyen d'un donneur de H_3O^+ , tel que notamment l'acide chlorhydrique, ou d'autres donneurs de H_3O^+ plus forts que l'acide carbonique comme notamment l'acide phosphorique, et qui permet de ne doser que le carbone provenant de la phase inorganique ou minérale de l'échantillon à analyser.

Ce procédé de détermination du taux de transformation nucléaire de ^{14}C en ^{12}C de la matière minérale synthétique contenant le carbonate selon l'invention se caractérise en ce qu'il comporte :

- a) une étape de préparation de l'échantillon constituée d'une attaque de l'échantillon par un donneur de H_3O^+ , préférentiellement l'acide chlorhydrique ou tout donneur de H_3O^+ plus fort que l'acide carbonique comme l'acide phosphorique,
- 5 b) une étape de collecte du gaz carbonique dégagé dans un piège à la température de l'azote liquide,
- c) une étape de réduction du gaz carbonique, par hydrogénation sur catalyseur fer, en atome de carbone élémentaire ($^{13}C/^{12}C/^{14}C$)
- 10 d) puis l'analyse par mesure radiologique, en particulier par spectroscopie de masse de la composition en isotope $^{13}C/^{12}C$ et $^{15}N/^{14}N$ ainsi que ^{14}C comparée à un standard international de référence permettant d'établir le taux de transformation nucléaire par heure et par gramme.

15

Une variante préférentielle du procédé de détermination du taux de transformation nucléaire, se caractérise en ce qu'il est ajouté, entre l'étape de l'attaque acide et celle de la collecte du gaz carbonique dégagé, un piège supplémentaire ayant une température de 20°C à 30°C au dessus du piège de l'étape b), afin d'éviter toute contamination par

20 d'autres composés volatiles provenant de l'échantillon.

La Demanderesse souligne que les taux de transformation nucléaire de 450 transformations par heure et par gramme, préférentiellement compris entre 700 et 890 transformations par heure et par gramme, très préférentiellement entre 850 et 890

25 transformations par heure et par gramme, et qui sont la caractéristique essentielle du produit objet de l'invention, peuvent néanmoins être déterminés par tout autre méthode appropriée.

L'échantillon à analyser selon l'invention est constitué de la matière minérale contenant

30 du carbonate selon l'invention, et peut être une feuille de papier contenant la matière minérale, un carbonate de calcium traité par des composés organiques, une composition de chlorure de polyvinyle (PVC), un carbonate de calcium ayant des impuretés organiques ou tout autre échantillon.

De manière particulière, les matières minérales selon l'invention se caractérisent en ce que le carbonate est choisi parmi les carbonates de cations monovalents et / ou bivalents et / ou trivalents ou leurs mélanges.

- 5 De manière plus particulière, ces matières minérales selon l'invention se caractérisent en ce que lesdits cations monovalents et / ou bivalents et / ou trivalents sont choisis parmi les cations du premier ou deuxième groupe principal du tableau périodique de Mendeleiev.

- De manière tout à fait particulière, lesdits cations sont choisis parmi le lithium, le sodium, le potassium, le magnésium, le calcium, le strontium ou leurs mélanges.
- 10

- La matière minérale synthétique contenant un carbonate selon l'invention se caractérise de manière préférentielle en ce qu'elle est un carbonate de calcium ayant une structure cristalline de type calcite ou aragonite ou vaterite ou en ce qu'elle est un mélange d'un carbonate de calcium de structure de type calcique avec un carbonate de calcium de structure de type aragonite et / ou un carbonate de calcium de structure de type vaterite, et plus préférentiellement en ce qu'elle est un mélange de structure de type calcite et de structure de type aragonite.
- 15

- 20 De manière particulière ledit carbonate de calcium selon l'invention à structure cristalline précitée se caractérise en ce qu'il a un degré de blancheur supérieur à 80 %, préférentiellement supérieur à 90 %, très préférentiellement supérieur à 93 % TAPPI déterminé selon la norme TAPPI T452 ISO 2470.

25

- Dans une autre variante de l'invention, la matière minérale synthétique contenant du carbonate selon l'invention est caractérisée en ce qu'elle est un mélange et / ou une co-structure du carbonates précités avec d'autres matières minérales choisies parmi les silices naturelles et / ou synthétiques, les silicates telles que notamment l'argile, le talc, le mica, ou encore choisies parmi les hydroxydes d'aluminium, les sulfates, les blancs satins, les phosphates tels que les brushites, octa-calcium phosphates ou les hydroxyapatites, ou leurs mélanges.
- 30

Le procédé de fabrication des matières minérales selon l'invention se caractérise en ce qu'il met en œuvre du gaz carbonique issu de la fermentation aérobique ou anaérobique, préférentiellement anaérobique et plus particulièrement issu de la fermentation de sucres ou de la combustion d'alcool provenant de la fermentation de composés organiques.

Dans la suite de la présente demande, la Déposante précise que le gaz carbonique issu de la fermentation aérobique ou anaérobique, ou de la fermentation de sucres ou de la combustion d'alcool provenant de la fermentation de composés organiques sera appelé gaz carbonique frais à l'inverse du gaz carbonique combustible fossile issu de la combustion des énergies fossiles telles que le charbon, le pétrole ou le gaz naturel, ou encore du gaz carbonique issu de la calcination du carbonate de calcium naturel qui seront dénommé gaz carbonique vieux.

De manière particulière le gaz carbonique frais est issu de la fermentation de sucres ou de la combustion d'alcool, en particulier d'éthanol, de méthanol, ou des alcanes comme le méthane, l'éthane, ou tout autre alcane, provenant de la fermentation de composés organiques tels que des fruits, des alcools de fruit ou encore des déchets des décharges publiques ou est issu de la fermentation ou de la décomposition thermique ou de la dégradation par oxydation des déchets des décharges sous pression supercritique.

Une autre manière particulière réside en ce que le gaz carbonique frais mis en œuvre dans le procédé selon l'invention est un mélange de gaz carbonique frais issu de la fermentation de sucres avec du gaz carbonique frais issu de la combustion de composés organiques.

Une autre variante du procédé selon l'invention se caractérise en ce qu'il met en œuvre un mélange du gaz carbonique issu de la fermentation aérobique ou anaérobique, préférentiellement anaérobique et plus particulièrement issu de la fermentation de sucres ou de la combustion d'alcool provenant de la fermentation de composés organiques, avec du gaz carbonique vieux. Selon cette variante, le procédé selon l'invention est

12

caractérisé en ce que le mélange met en œuvre moins de 50 % en poids de gaz carbonique vieux.

- De manière plus particulière, le procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate selon l'invention se caractérise en ce que la mise en œuvre du gaz carbonique s'effectue à une température comprise entre 5°C et 100°C, préférentiellement entre 20°C et 30°C.

- Ce procédé selon l'invention se caractérise en ce qu'il est un procédé en batch, en cascades encore dit continu ou en mélange continu-batch.

Par procédé par batch, la Demanderesse entend un procédé de fabrication dans lequel la réaction a lieu dans une seule cuve où tous les réactifs sont introduits.

- 15 Par procédé en cascades encore dit continu, la Demanderesse entend un procédé de fabrication dans lequel le gaz carbonique frais mis en œuvre est introduit dans une cascade de n réacteurs installés en série et / ou en parallèle dont le montage en série est illustré par le dessin n° 1.
- 20 Dans ce dessin n° 1, la Demanderesse désigne par "n" le nombre de réacteurs en cascades dans lesquels sont introduits en continu le gaz carbonique et / ou tout autre additif, ce nombre n allant de 1 à 50, préférentiellement de 1 à 10, très préférentiellement de 1 à 5.
- 25 Par procédé en mélange continu-batch, la Demanderesse entend un procédé de synthèse en continu suivi d'une ou plusieurs étapes en batch, cette ou ces dernières étapes pouvant être l'ajout de gaz carbonique au stockage ou l'ajout de divers additifs ou encore une étape de traitement physique (comme un broyage, une centrifugation, une concentration thermique, une concentration mécanique) ou une étape de traitement chimique comme un traitement avec du silicate de sodium suivi de l'ajout d'un acide tel que l'acide citrique ou l'acide phosphorique ou éventuellement au moins une étape d'introduction d'un dispersant.
- 30

12

13

Dans le dessin n° 2 illustrant ce procédé mélange continu-batch, la Demanderesse désigne par "m" le nombre de traitement physique ou chimique précité, ce ou ces traitements pouvant être en particulier un traitement par concentration mécanique par mise en œuvre d'une centrifugeuse.

5

Ce nombre "m" varie de 1 à 5, préférentiellement de 1 à 2.

De même dans ce dessin n° 2, la Demanderesse indique par "o" le nombre d'étapes correspondant à un ajout éventuel de dispersant, ce dispersant étant tout type de
10 dispersant connu de l'homme du métier dont le choix est adapté de manière évidente par l'homme du métier en fonction de l'application envisagée.

Ce nombre "o" varie de 0 à 3, préférentiellement de 0 à 1.

Le procédé selon l'invention est enfin caractérisé en ce qu'il comporte éventuellement
15 au moins une étape de dispersion et / ou au moins une étape de broyage en milieu sec ou en milieu humide, en présence d'éventuellement au moins un agent dispersant et / ou au moins un agent d'aide au broyage. L'homme du métier saura adapter le choix de ses éventuels agents dispersants et / ou agents d'aide au broyage en fonction de l'application finale envisagée.

20

Enfin, les matières minérales selon l'invention sont mises en œuvre dans le domaine pharmaceutique avec des produits tels que les médicaments, le domaine de l'alimentation humaine ou animale, ou encore le domaine papetier tel que la fabrication du papier, la masse et / ou le couchage sur un support papier ou plastique ou encore tout
25 autre traitement de surface du papier et / ou du plastique, le plastique étant préférentiellement choisi parmi les polyoléfines du type polyéthylène ou polypropylène et leurs dérivés, ainsi que les domaines des peintures aqueuses ou non aqueuses ainsi que le domaine des matières plastiques ou encore le domaine des encres d'impression.

30 L'utilisation des matières minérales dans le couchage du papier se fait préférentiellement lors d'opérations de couchage par lame, transfert de film, par rideau d'eau ou encore par "size-press".

13

L'utilisation des matières minérales comme charge de masse du papier se fait préférentiellement par ajout de la matière minérale selon l'invention à différents endroits avant et / ou pendant la formation de la feuille.

Les matières minérales selon l'invention utilisées dans le domaine des encres d'impression sont mises en œuvre dans les encres pour impression à jet d'encre, pour impression offset et / ou rotogravure.

La portée et l'intérêt de l'invention seront mieux perçus grâce aux exemples suivants, qui ne sauraient être limitatifs.

10

Exemple 1

Cet exemple illustre différents procédés de l'art antérieur mettant en œuvre un gaz carbonique vieux.

15

Essai n° 1

Cet essai, qui illustre l'art antérieur, concerne un procédé de fabrication de carbonate de calcium précipité par réaction de la chaux avec du gaz carbonique vieux issu de la combustion d'énergie fossile telle que le butane.

20

Pour ce faire, après avoir produit de l'oxyde de calcium CaO par calcination d'un carbonate de calcium naturel broyé (Omyapure™ de la société Omya SAS) dans un four à moufle pendant 6 heures à 900°C, on met en suspension l'oxyde de calcium CaO dans un container contenant de l'eau sans gaz carbonique pour former une suspension d'hydroxyde de calcium Ca(OH)₂.

25

Une fois cette suspension de chaux formée avec une concentration pondérale en matière sèche égale à 10 %, on y introduit à température ambiante (22°C ± 2°C) du gaz carbonique vieux, issu de la combustion de butane au moyen d'un brûleur de camping gaz, jusqu'à ce que le pH chute d'une valeur fortement alcaline de l'ordre de 13 jusqu'à une valeur comprise entre 8,0 et 8,5.

30

Le produit obtenu, qui est un carbonate de calcium précipité de l'art antérieur, est ensuite séché à 140°C.

Essai n° 2

5

Cet essai, qui illustre l'art antérieur, concerne un procédé de fabrication de carbonate de calcium précipité par réaction de la chaux avec du gaz carbonique vieux issu de la calcination de carbonate de calcium naturel.

- 10 Pour ce faire, avec le même matériel et le même mode opératoire que dans l'essai précédent, on fait réagir du gaz carbonique vieux, issu de la calcination dans un four à moufle à 900°C d'un carbonate de calcium naturel broyé (Omyapure™ de la société Omya SAS), avec une suspension de chaux à 10 % en poids de matière sèche.

- 15 Le produit obtenu, qui est un carbonate de calcium précipité de l'art antérieur, est ensuite séché à 140°C.

Essai n° 3

- 20 Cet essai, qui illustre l'art antérieur, concerne un procédé de fabrication de carbonate de strontium par réaction d'hydroxyde de strontium avec du gaz carbonique vieux issu de la calcination de carbonate de calcium naturel.

- 25 Pour ce faire, on met en suspension l'hydroxyde de strontium $\text{Sr}(\text{OH})_2 \times 8 (\text{H}_2\text{O})$, (Lot 9329A de chez Riedel-de Haën), dans un container contenant de l'eau sans gaz carbonique pour former une suspension d'hydroxyde de strontium à une concentration en matière sèche égale à 10 % en poids.

- 30 Une fois cette suspension formée, on y introduit à température ambiante (22°C ± 2°C) du gaz carbonique vieux, issu de la calcination dans un four à moufle à 900°C d'un carbonate de calcium naturel broyé (Omyapure™ de la société Omya SAS), jusqu'à ce que le pH chute jusqu'à une valeur comprise entre 8,0 et 8,5.

16

Le produit obtenu, qui est un carbonate de strontium de l'art antérieur, est ensuite séché à 140°C.

Exemple n° 2

5

Cet exemple illustre le procédé selon l'invention mettant en œuvre du gaz carbonique frais.

Essai n° 4

10

Cet essai, qui illustre l'invention, concerne un procédé de fabrication de carbonate de calcium précipité par réaction de la chaux avec du gaz carbonique frais issu de la combustion d'éthanol provenant de la fermentation d'un composé organique tel que du kirsch.

15

Pour ce faire, après avoir produit de l'oxyde calcium CaO par calcination d'un carbonate de calcium naturel broyé (Omyapure™ de la société Omya SAS) dans un four à moufle pendant 6 heures à 900°C, on met en suspension l'oxyde de calcium CaO dans un container contenant de l'eau sans gaz carbonique pour former une suspension d'hydroxyde de calcium Ca(OH)₂.

20

En même temps, un alcool de kirsch acheté en grande surface a été distillé de 37 % en volume à 65 % en volume puis a été traité avec du sulfate de sodium pour absorber le reste de l'eau et obtenir une concentration de 97 % en éthanol.

25

Une fois cette suspension de chaux formée et cet alcool obtenu, on introduit dans la suspension de chaux et à température ambiante (22°C ± 2°C) le gaz carbonique frais, issu de la combustion de l'éthanol précité au moyen d'un brûleur à méthanol jusqu'à ce que le pH chute jusqu'à une valeur comprise entre 8,0 et 8,5.

30

Le produit obtenu, qui est un carbonate de calcium précipité selon l'invention, est ensuite séché à 140°C.

16

17

Essai n° 5

Cet essai, qui illustre l'invention, concerne un procédé de fabrication de carbonate de strontium par réaction d'hydroxyde de strontium avec du gaz carbonique frais issu de la combustion d'éthanol provenant de la fermentation d'un composé organique tel que du kirsch.

Pour ce faire, on met en suspension l'hydroxyde de strontium $\text{Sr}(\text{OH})_2 \times 8 (\text{H}_2\text{O})$, (lot 9329A de chez Riedel-de Haën), dans un container contenant de l'eau sans gaz carbonique pour former une suspension d'hydroxyde de strontium à une concentration en matière sèche égale à 10 % en poids.

En même temps, un alcool de kirsch acheté en grande surface a été distillé de 37 % en volume à 65 % en volume puis a été traité avec du sulfate de sodium pour absorber le reste de l'eau et obtenir une concentration de 97 % en éthanol.

15

Une fois cette suspension d'hydroxyde de strontium $\text{Sr}(\text{OH})_2 \times 8 (\text{H}_2\text{O})$ formée et cet alcool obtenu, on introduit dans la suspension d'hydroxyde de strontium et à température ambiante ($22^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$) le gaz carbonique frais, issu de la combustion de l'éthanol précité au moyen d'un brûleur à méthanol jusqu'à ce que le pH chute jusqu'à une valeur comprise entre 8,0 et 8,5.

20

Le produit obtenu, qui est un carbonate de strontium selon l'invention, est ensuite séché à 140°C .

25 Essai n° 6

Cet essai, qui illustre l'invention, concerne un procédé de fabrication par batch de carbonate de calcium précipité par réaction de la chaux avec du gaz carbonique frais issu de la fermentation d'un sucre.

30

Pour ce faire, après avoir produit de l'oxyde calcium CaO par calcination d'un carbonate de calcium naturel broyé (Omyapure™ de la société Omya SAS) dans un four à moufle

17

16

pendant 6 heures à 900°C, on met en suspension 30 g de l'oxyde de calcium CaO dans un bécher contenant 200 g d'eau sans gaz carbonique pour former une suspension d'hydroxyde de calcium Ca(OH)₂.

- 5 D'autre part, on introduit, dans un récipient de 5 litres, 1 kg de sucre ménager raffiné (C₁₂H₂₂O₁₁) que l'on dissout dans 4 litres d'eau distillée auxquels sont rajoutés 7 g sec de levure de boulanger afin de permettre le dégagement de gaz carbonique issu de la fermentation du sucre.

- 10 Ce gaz carbonique frais qui se crée et qui est continuellement formé pendant 21 jours par la fermentation du sucre est alors introduit dans la suspension de chaux pendant ces 21 jours à température ambiante (22°C ± 2°C) jusqu'à ce que le pH chute jusqu'à une valeur d'environ 7 ± 0,3.

- Cette introduction du gaz carbonique frais dans la suspension de chaux s'effectue au
15 moyen d'un récipient de lavage à l'eau distillée qui collecte l'éventuel éthanol volatilisé.

Le produit obtenu, qui est un carbonate de calcium précipité selon l'invention, est ensuite séché à 140°C.

20 Essai n° 7

Cet essai, qui illustre l'invention, concerne un procédé de fabrication en continu de carbonate de calcium précipité par réaction de la chaux avec du gaz carbonique frais issu de la fermentation d'un sucre.

25

Pour ce faire, on introduit, dans une cascade de 4 réacteurs remplis d'eau distillée et installés en série, comme l'illustre le dessin n° 1, une suspension aqueuse de chaux et du gaz carbonique frais issu de la fermentation d'un mélange de 500 g de saccharose et 42 g de levure de boulanger (*saccharomyces cerevisiae*) dans 4 litres d'eau.

- 30 Ainsi, on prépare tout d'abord une suspension aqueuse de chaux par mise en suspension de 1000 g d'hydroxyde de calcium dans un récipient contenant 50 litres d'eau sans gaz carbonique et agité par un agitateur mécanique.

18

On dispose ensuite de 4 flacons fermés de 5 litres, dans chacun desquels on dissout un mélange de 500 grammes de sucre ménager raffiné ($C_{12}H_{22}O_{11}$) et 42 grammes de levure de boulanger dans 4 litres d'eau distillée afin de permettre le dégagement de gaz carbonique issu de la fermentation du sucre pendant 5 jours.

5

Une fois ces opérations effectuées, on démarre simultanément l'introduction du gaz carbonique précédemment formé dans chacun des flacons et le pompage de la suspension de chaux contenue dans le récipient agité par un agitateur mécanique de manière continue dans les 4 réacteurs munis d'un couvercle et reliés entre eux au moyen d'un tuyau.

10

Le débit d'introduction de la suspension de chaux correspond à une introduction de 7,35 g en poids sec de chaux par heure jusqu'à ce que 45 des 50 litres de suspension de chaux soient passés dans les 4 réacteurs de carbonatation.

15

Ainsi le gaz carbonique frais, qui se crée et qui est continuellement formé pendant 5 jours par la fermentation du sucre, est introduit dans les 4 réacteurs agités à 400 tours par minute et à une température égale à $25^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ pendant les 5 jours.

20 Le pH dans le quatrième réacteur a une valeur comprise entre 6,7 et 7,3.

Cette introduction du gaz carbonique frais dans la suspension de chaux s'effectue au moyen d'un récipient de lavage à l'eau distillée qui collecte l'éventuel éthanol volatilisé.

25 Le produit obtenu, récupéré dans un réservoir final est un carbonate de calcium précipité selon l'invention, qui est ensuite séché à 140°C .

30 Ce carbonate de calcium précipité obtenu est une pure calcite comme le montre le spectre infrarouge et a la distribution granulométrique suivante, exprimée en pourcentage en poids des particules et mesurée avec un granulomètre de type Sedigraph™ 5100 :

20

- 77 % ont un diamètre $< 2 \mu\text{m}$,
- 44 % ont un diamètre $< 1 \mu\text{m}$,
- 6 % ont un diamètre $< 0,2 \mu\text{m}$.

5 Essai n° 8

Cet essai, qui illustre l'invention, concerne un procédé de fabrication en continu d'un carbonate de calcium précipité obtenu par réaction de la chaux avec du gaz carbonique frais issu de la fermentation d'un sucre, puis traité dans un cinquième réacteur par un silicate de sodium.

Pour ce faire, on dispose d'une cascade de 5 réacteurs disposés en série comme l'illustre le dessin n° 2.

- 15 Dans la cascade des 4 premiers réacteurs, le produit obtenu avec le même mode opératoire que l'essai précédent, est un carbonate de calcium précipité selon l'invention, qui est ensuite traité dans le cinquième réacteur par du silicate de sodium (Inosil 4237 de Van Berle), dilué dans l'eau à 1 % en poids, en quantité équivalente à 4 % en poids sec par rapport au poids sec de carbonate de calcium formé. Le dosage a été fixé à 0.22 g de silicate de soude par heure, correspondent à 22 ml par heure d'une solution à 1 % en poids.

Le pH est alors de $10,8 \pm 0,1$ dans le cinquième réacteur à la fin de l'essai.

25 Essai n° 9

Cet essai, qui illustre l'invention, concerne un procédé de fabrication en continu d'un carbonate de calcium précipité obtenu par réaction de la chaux avec du gaz carbonique frais issu de la fermentation d'un sucre, puis traité dans l'avant-dernier réacteur par un silicate de sodium et dans le dernier réacteur par un ajout d'acide citrique.

Pour ce faire, on dispose d'une cascade de 6 réacteurs disposés en série comme l'illustre le dessin n° 2.

20

21

Dans la cascade des 4 premiers réacteurs, le produit obtenu avec le même mode opératoire que l'essai précédent, est un carbonate de calcium précipité selon l'invention, qui est ensuite traité dans le cinquième réacteur par du silicate de sodium (Inosil 4237 de Van Berle) en quantité équivalente à 4 % en poids sec par rapport au poids sec de carbonate de calcium formé. Le pH est alors de $10,8 \pm 0,1$.

Dans le sixième réacteur qui permet le contrôle du pH et son ajustement, on procède à l'ajout en continu de la quantité nécessaire d'acide citrique pour obtenir un pH d'une valeur égale à $8,5 \pm 0,3$.

10 Il est à noter dans cet exemple, que l'ajout dans ce sixième réacteur aurait pu, de manière équivalente, se réaliser en batch.

Essai n° 10

15 Cet essai, qui illustre l'invention, concerne un procédé de fabrication par batch d'un carbonate de sodium par réaction de la soude avec du gaz carbonique frais issu de la fermentation d'un sucre, puis fabrication d'un carbonate de calcium précipité par réaction du carbonate de soude formé selon l'invention avec un chlorure de calcium.

20 Pour ce faire, on dissout tout d'abord 30 g d'hydroxyde de sodium pour analyse vendu par Riedel-de Haën dans 120 g d'eau sans gaz carbonique puis on introduit, dans un récipient de 2,5 litres, 500 g de sucre ménager raffiné ($C_{12}H_{22}O_{11}$) que l'on dissout dans 2 litres d'eau distillée auxquels sont rajoutés 21 g de levure de boulanger fraîche correspondant à 7 g sec de levure de boulanger afin de permettre le dégagement de gaz

25 carbonique issu de la fermentation du sucre.

Ce gaz carbonique frais qui se crée et qui est continuellement formé pendant 21 jours par la fermentation du sucre est alors introduit dans la solution de soude pendant ces 21 jours à température ambiante ($22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) jusqu'à ce que le pH arrive à une valeur

30 comprise entre 8,0 et 8,5.

Cette introduction du gaz carbonique frais dans la solution de soude s'effectue au moyen d'un récipient de lavage à l'eau distillée qui collecte l'éventuel éthanol volatilisé.

21

Une partie de la solution du carbonate de soude obtenu est alors filtré au moyen d'un filtre de 0,45 µm pour en séparer les composants insolubles et obtenir un filtrat qui est alors séché à 140°C pour obtenir le carbonate de sodium selon l'invention.

- 5 Dans une deuxième étape, on mélange à température ambiante (22°C ± 2°C), le carbonate de soude selon l'invention avec une quantité stoechiométrique de chlorure de calcium pour obtenir un carbonate de calcium précipité dont les insolubles sont filtrés comme précédemment et dont le filtrat est séché à 140°C.

Essai n° 11

10

Cet essai, qui illustre l'invention, concerne un mélange sec de carbonate de calcium précipité obtenu par le mélange d'un carbonate de calcium sec selon l'invention (essai n° 4) avec un carbonate de calcium sec de l'art antérieur (essai n° 2) dans un rapport pondéral 55/45.

15

Essai n° 12

- 20 Cet essai, qui illustre l'invention, concerne un mélange sec de carbonate de calcium précipité obtenu par le séchage d'un mélange d'une suspension de carbonate de calcium selon l'invention (essai n° 4) avec une suspension de carbonate de calcium de l'art antérieur (essai n° 2) dans un rapport pondéral 51/49.

Exemple 3

- 25 Cet exemple illustre le procédé selon l'invention de détermination du taux de transformation nucléaire de ^{14}C en ^{12}C d'une formulation médicamenteuse essentiellement constituée de carbonate de calcium.

Essai n° 13

- 30 Cet essai, qui illustre l'art antérieur, met en œuvre une formulation médicamenteuse sèche constituée d'une poudre de carbonate de calcium naturel broyé commercialisé par la société Omya SAS sous le nom d'Omyapure™.

23

Pour ce faire, on met 30 mg de l'échantillon à tester dans une ampoule de 7 ml équipée de 2 réacteurs consécutifs de 14,7 ml à une pression de 250 mbar, formant ainsi 2 pièges consécutifs, dont le dernier est un piège à azote liquide et le premier est refroidi à une température de 20°C à 30°C au dessus du second afin d'éviter toute contamination par d'autres composés volatiles provenant de l'échantillon.

On verse ensuite dans cette ampoule, environ 0,4 ml d'acide chlorhydrique qui vont réagir avec la formulation médicamenteuse et dégager du gaz carbonique qui va être piégé dans les pièges successifs.

Le gaz carbonique ainsi piégé est ensuite réduit par hydrogénation sur catalyseur poudre de cobalt en atome de carbone élémentaire ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}/^{14}\text{C}$).

On détermine alors la composition en isotope $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ et $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ du graphite ainsi obtenu ainsi que celle du ^{14}C comparée à un standard international de référence par la technique de spectrométrie accélérateur de masse dite technique "AMS" pour "Accelerator Mass Spectrometry" à l'aide d'un spectrophotomètre couramment utilisé par l'homme du métier.

Le taux de transformation nucléaire par heure et par gramme de la matière minérale synthétique à analyser est alors déterminé par le rapport entre la valeur en ^{14}C mesurée et la valeur du standard de référence reconnu internationalement et référencé dans les méthodes de datation par ^{14}C .

Essai n° 14

Cet essai, qui illustre l'invention, met en œuvre, avec le même mode opératoire et le même matériel que l'essai précédent, une formulation médicamenteuse sèche constituée d'un carbonate de calcium selon l'essai n° 4.

Exemple 4

Cet exemple illustre l'utilisation des matières minérales selon l'invention dans le domaine papetier ainsi que le procédé selon l'invention de détermination du taux de

23

transformation nucléaire de ^{14}C en ^{12}C d'une formulation dans le domaine papetier, et plus particulièrement dans le domaine de l'encre "offset".

Essai n° 15

5

Cet essai illustre l'art antérieur et met en œuvre, dans une application d'encre "offset", le carbonate de calcium précipité de l'essai n° 1.

Pour ce faire, au moyen d'un broyeur à disque vibrant de type HSM 100-H commercialisé par la société Herzog équipé d'une chambre de broyage en carbure de tungstène d'un diamètre intérieur de 95 mm remplie d'un corps broyant de 60 mm de diamètre, on broie à sec 20 g du carbonate de calcium précipité de l'essai n° 1 jusqu'à une finesse dont les caractéristiques granulométriques déterminées par mesure à l'aide d'un granulomètre Sedigraph™ 5100 de Micromeritics™ sont :

15

- un diamètre moyen d'environ 1,8 μm ,
- 91,9 % en poids des particules ont un diamètre inférieur à 5 μm ,
- 56,8 % en poids des particules ont un diamètre inférieur à 2 μm ,
- 25,9 % en poids des particules ont un diamètre inférieur à 1 μm ,
- 20 - 9,7 % en poids des particules ont un diamètre inférieur à 0,5 μm ,
- 4,0 % en poids des particules ont un diamètre inférieur à 0,2 μm .

Puis au moyen d'un mortier équipé d'un "pistil", on rajoute et disperse ces 20 g de carbonate de calcium précipité broyé dans 200 g d'une encre "offset" commercialisée par la société Schaffner GF AG (Suisse) sous le nom de Skinex Cyan 4X800.

25

La composition alors réalisée est utilisée pour imprimer un papier IKONOFIX™, 150 g/m², de M-Real™ Zanders GmbH, Bergisch-Glatbach (Allemagne) à l'aide d'une machine d'impression "offset" de laboratoire commercialisée par la société SeGan (Grande-Bretagne) sous le nom de Ink/Surface Interaction Tester.

30

Ce test dénommé test d'imprimabilité ISIT (Ink Surface Interaction Test), qui représente la force de décollement d'encre en fonction du temps, est une courbe en trois phases :

24

une phase ascendante avec une certaine pente de montée, une valeur maximale, puis une phase descendante avec une certaine pente de descente, et est basé sur une installation d'impression munie d'un dispositif de création et de mesure de la force nécessaire pour séparer un disque de décollement, d'un film d'encre d'impression. Cette installation
5 constituée d'une part par ce dispositif de création et de mesure de force et d'autre part par un disque encreur tournant au dessus de la feuille de papier à tester est commercialisée sous le nom "Ink Surface Interaction Tester" par la société SeGan Ltd.

Pour ce faire, on prépare tout d'abord les différentes feuilles de papier à tester en
10 appliquant les différentes sauces de couchage à tester sur ces feuilles de papier à l'aide de la coucheuse de laboratoire Erichsen™ Modèle 624 de la société Erichsen™ GmbH + Co. KG (Allemagne) équipées de lames roulantes échangeables.

Le papier ainsi couché a une valeur déterminée en g/m^2 . Il est fixé sur un rouleau muni
15 d'une bande adhésive double face. L'application d'une encre offset est effectuée par la mise en contact du disque encreur d'une largeur de 25 mm lors d'une rotation de 180° . La vitesse et la pression d'impression sont ajustables et sont de l'ordre de 0,5 m/s et 50 kg respectivement. Le volume d'encre est dans les conditions standard de $0,3 \text{ cm}^3$ résultant ainsi en une épaisseur d'environ 1 g/m^2 d'encre sur la feuille de papier à tester.

20 Le procédé d'impression est suivi d'une séquence de mesures répétées de la force de décollement, à des intervalles de temps pré-sélectionnés dépendants de ce temps mis pour séparer ce disque de décollement (de même dimension que le disque d'impression) du film d'encre.

25 Un revêtement en caoutchouc nitrile de qualité impression offset est habituellement utilisé pour le disque de décollement mais tout matériau équivalent peut être employé.

La force de contact entre le disque de décollement et l'encre est mesurée par un système
30 générant une force électro-magnétique. On ajuste l'amplitude et la durée de la force de décollement pour aboutir à une adhésion uniforme entre la surface du film et le disque de décollement au bout de 3 secondes. Une faible rotation de la feuille de papier pendant

l'application de la force électro-magnétique permet d'assurer un contact intime et une continuité du film d'encre. A l'arrêt de la force magnétique, le disque de décollement se rétracte du film imprimé par la force d'un ressort tendu, force suffisante pour séparer le disque du film d'encre. Une jauge de contrainte, fixée entre le disque de décollement et le ressort, génère un signal qui est enregistré comme la force de décollement.

La séquence est automatiquement répétée pour 13 cycles.

Au premier et au treizième cycle les densités d'impression sont mesurées à l'aide d'un densitomètre Gretag D 186.

Cette mesure étant effectuée, on procède à la détermination du taux de transformation nucléaire de ^{14}C en ^{12}C de l'échantillon de papier ainsi imprimé en installant 150 mg de l'échantillon de papier imprimé chargé à 20 % dans une ampoule de 7 ml équipée de 2 réacteurs consécutifs de 14,7 ml à une pression de 250 mbar, formant ainsi 2 pièges consécutifs, dont le dernier est un piège à azote liquide et le premier est refroidi à une température de 20 à 30°C au dessus du second afin d'éviter toute contamination par d'autres composés volatiles provenant de l'échantillon.

On verse ensuite dans cette ampoule, environ 0,4 ml d'acide chlorhydrique qui vont réagir avec la feuille de papier imprimé et dégager du gaz carbonique qui va être piégé dans les pièges successifs.

Le gaz carbonique ainsi piégé est ensuite réduit par hydrogénation sur catalyseur poudre de cobalt, en atome de carbone élémentaire ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}/^{14}\text{C}$).

On détermine alors la composition en isotope $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ et $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ du graphite ainsi obtenu ainsi que celle du ^{14}C comparée à un standard international de référence par la technique de spectrométrie accélérateur de masse dite technique "AMS" pour "Accelerator Mass Spectrometry" à l'aide d'un spectrophotomètre couramment utilisé par l'homme du métier.

Le taux de transformation nucléaire par heure et par gramme de la matière minérale synthétique à analyser est alors déterminé par le rapport entre la valeur en ^{14}C mesurée

et la valeur du standard de référence reconnu internationalement et référencé dans les méthodes de datation par ^{14}C .

Essai n° 16

5

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre, dans une application d'encre "offset", le carbonate de calcium précipité de l'essai n° 4.

Pour ce faire, au moyen d'un broyeur à disque vibrant de type HSM 100-H commercialisé par la société Herzog équipé d'une chambre de broyage en carbure de tungstène d'un diamètre intérieur de 95 mm remplie d'un corps broyant de 60 mm de diamètre, on broie à sec 20 g du carbonate de calcium précipité de l'essai n° 4 jusqu'à une finesse dont les caractéristiques granulométriques déterminées par mesure à l'aide d'un granulomètre Sédigraph™ 5100 de Micromeritics™ sont :

15

- un diamètre moyen d'environ 1,7 μm ,
- 93,2 % en poids des particules ont un diamètre inférieur à 5 μm ,
- 58,5 % en poids des particules ont un diamètre inférieur à 2 μm ,
- 26,8 % en poids des particules ont un diamètre inférieur à 1 μm ,
- 20 - 10,1 % en poids des particules ont un diamètre inférieur à 0,5 μm ,
- 4,2 % en poids des particules ont un diamètre inférieur à 0,2 μm .

Puis au moyen d'un mortier équipé d'un "pistil", on rajoute et disperse ces 20 g de carbonate de calcium précipité broyé dans 200 g d'une encre "offset" commercialisée par la société Schaffner GF AG (Suisse) sous le nom de Skinex Cyan 4X800.

25

La composition alors réalisée est utilisée pour imprimer un papier type IKONOFIX™, 150 g/m², de M-Real™ Zanders GmbH, Bergisch-Glatbach (Allemagne) à l'aide d'une machine d'impression "offset" de laboratoire commercialisée par la société SeGan™ (Grande-Bretagne) sous le nom de Ink/Surface Interaction Tester, dans les mêmes conditions que celles de l'essai précédent.

30

27

24

Les résultats obtenus apparaissent sur la courbe 1 qui représente la force de décollement de l'encre en fonction du temps. Cette courbe est représentée sur le dessin n° 3.

- La courbe 1 permet de constater que l'impression offset de l'encre, chargée avec le carbonate de calcium selon l'invention de l'essai n° 16 (produit B de la courbe 1) est
- 5 identique à l'impression offset de l'encre, chargée avec le carbonate de calcium selon l'art antérieur de l'essai n° 15 (produit A de la courbe 1).

Exemple 5

- 10 Cet exemple illustre l'utilisation des matières minérales selon l'invention dans le domaine des matières plastiques polymères, et en particulier leur utilisation pour la préparation de compositions thermoplastiques chargées telles que notamment les compositions chlorure de polyvinyle (PVC) chargées.

15 Essai n° 17

Cet essai illustre l'art antérieur et met en oeuvre le carbonate de calcium précipité de l'essai n° 1.

- La composition PVC chargée est produite en mélangeant la résine PVC non chargée et
- 20 le carbonate de calcium à disperser dans un broyeur type Colling™ équipé de deux rouleaux de diamètre égal à 150 mm et de longueur égale à 400 mm de sorte à obtenir une teneur en pigment d'environ 20 % en poids.

- Dans tous les essais de l'exemple, la formulation de la composition de PVC chargée est
- 25 la suivante :

-	Corvic™ S 704	100 parts
-	DIDP (diisodecyl phthalate)	55 parts
-	Bäropan E-292	4 parts
-	Carbonate à disperser	40 parts

30

La teneur exacte en carbonate de calcium égale à 19,7 % en poids a été déterminée par calcination pendant 2 heures à 650°C.

28

Essai n° 18

Cet essai illustre l'invention et met en oeuvre le carbonate de calcium précipité de l'essai n° 4 en utilisant le même mode opératoire et le même matériel que l'essai
5 précédent.

La teneur exacte en carbonate de calcium égale à 19,5 % en poids a été déterminée par calcination pendant 2 heures à 650°C.

10 Essai n° 19

Cet essai illustre l'invention et met en oeuvre un mélange de 50 % en poids de carbonate de calcium précipité de l'essai n° 4 et 50 % en poids de carbonate de calcium précipité de l'essai n° 5 en utilisant comme couchage un support en polypropylène.

15

5 g de carbonate de calcium précipité de l'essai n° 4 et 5 g de carbonate de calcium précipité de l'essai n° 5 ont été mélangés et dispersés dans 40 g d'eau avec 0,1 % en masse par rapport au poids sec des charges d'un polyacrylate de soude (de poids moléculaire Mw égal à 3500 Daltons, et d'indice de polydispersité égal à 2.7) comme
20 dispersant. 2 g d'un latex du type Acronal™ S 360 D, BASF™ (50 % en masse de produit actif), ont été utilisés comme liant.

Diverses quantités par m² de cette sauce de couchage ont été couchées sur un film de
25 polypropylène, blanc, semi - transparent, de type Synteape™, Fischer Papier™, St. Gallen-Rotkreuz (Suisse). La blancheur et l'opacité ont été déterminées.

L'opacité est mesurée selon la norme DIN 53146 et la mise en oeuvre d'un spectrophotomètre Elrepho 2000 de Datacolor™ AG (Suisse).

La blancheur dite blancheur Tappi R 457 est déterminée selon la norme TAPPI T452
30 ISO 247.

Les résultats figurent dans le tableau 2.

Poids de couche (g/m ²)	Opacité brute	Opacité nette	Blancheur TAPPI R 457 brute	Blancheur TAPPI R 457 nette
0	87,79	0	89,44	0
1,69	87,97	0,18	91,05	1,61
4,16	88,96	1,17	91,16	1,72
8,4	90,16	1,37	91,37	1,93
15,25	90,87	3,08	91,53	2,09
19,8	91,97	4,18	91,81	2,37
23,22	92,42	4,63	91,97	2,53

Tableau 2 : poids de couche et valeurs des opacités et des blancheurs TAPPI R 457

5 mesurées respectivement selon les normes DIN 53146 et TAPPI T452 ISO 247

Les valeurs nettes déterminées à un poids de couche donné correspondent à la différence entre la valeur brute mesurée pour ce poids de couche et la valeur brute mesurée à un poids de couche égal à 0 g/m².

10 Ces résultats démontrent qu'on gagne plus de 1,5 points en blancheur avec un poids de couche égale à 1.7 g/m².

On gagne plus de 1,5 points en blancheur et en opacité avec un poids de couche égale à 4 g/m².

15 Avec un poids de couche de 20 g/m² on gagne plus de 4 points en opacité.

Essai n° 20

A partir du carbonate de calcium de l'essai n°10, on réalise une suspension dudit
 20 carbonate dans l'eau à une teneur de 10 % en poids de matière sèche et ce, en présence
 de 1 % en poids de polyacrylate de soude par rapport au poids sec de carbonate de
 calcium comme dispersant. Après 5 minutes d'agitation mécanique on a chauffé la
 suspension à 65°C sous agitation et introduit 25 % en masse d'acide phosphorique par
 rapport au poids sec de carbonate de calcium. L'acide phosphorique a été dosé pendant
 25 20 min sous une forme de solution de 10 % active. La température pendant la réaction

était égale à $65^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. Après le dosage, la réaction s'est poursuivie pendant 5 heures. Le pH final mesuré à 23°C était égal à 7.6.

Les structures microscopiques des produits obtenus avant et après traitement à l'acide phosphorique ont été photographiées au moyen d'un microscope électronique, et apparaissent respectivement sur les dessins n° 4 et n° 5.

Le produit finalement obtenu présente une surface spécifique BET égale à $52 \text{ m}^2 / \text{g}$. Cette mesure de surface spécifique BET est déterminée selon la méthode BET de la norme ISO 9277 à savoir que la mesure s'effectue sous refroidissement à l'azote liquide et sous courant d'azote sur l'échantillon séché jusqu'à poids constant et thermostaté à 250°C pendant une heure sous atmosphère d'azote.

Enfin, on a déterminé les taux de transformation nucléaire de ^{14}C en ^{12}C pour chacune des matières minérales exemplifiées précédemment.

Pour ce faire, on utilise la même méthode et le même matériel que ceux utilisés dans l'exemple 3, à l'exception d'un des deux l'essais comparatifs relatif au papier d'UPMTM Schongau, pour lequel il n'y a qu'un seul piège, celui à azote liquide.

Les résultats obtenus pour les différents produits ont été rassemblés dans le tableau n° 2 ci-dessous, qui rassemble également les résultats des essais comparatifs effectués avec des pigments bien connus de l'homme du métier.

Ces essais comparatifs mettent en œuvre le PCC SocalTM P2 commercialisé par SolvayTM, le PCC Type A commercialisé par SchaeferTM, le PCC SyncarbTM F0474-GO d'UnikristallTM ainsi qu'un papier de UPMTM Schongau.

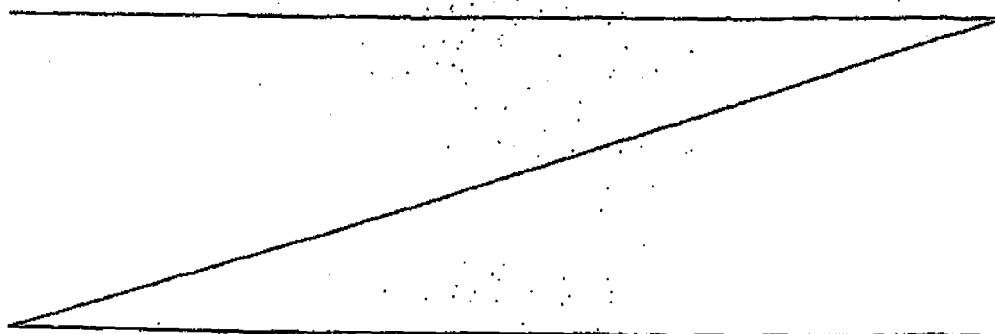


Tableau n° 2

Art antérieur / Invention	Essai n°	Taux de transformation nucléaire par heure et par gramme de matière minérale
Art antérieur	1	33 ± 1
Art antérieur	2	25 ± 1
Art antérieur	3	28 ± 1
Art antérieur	Comparatif : PCC Socal™ P2 Solvay™	15 ± 1
Art antérieur	Comparatif : PCC type A de Schaefer™	8.5 ± 1
Art antérieur	Comparatif : PCC Syncarb™ F0474-GO d'Unikristall™	27.5 ± 1
Art antérieur	Comparatif papier UPM™ Schongau	431 ± 4 * 436 ± 4 **
Invention	4	866 ± 5
Invention	5	869 ± 5
Invention	6	879 ± 5
Invention	10 : Carbonate de Na	885 ± 5
Invention	10 : Carbonate de Ca	885 ± 5
Invention	11	476 ± 5
Invention	12	454 ± 5
Art antérieur	13	33 ± 1
Invention	14	866 ± 5

* avec une méthode avec un seul piège à azote liquide

** avec une méthode mettant en œuvre les deux pièges

5

10

15

32

33

Exemple 6Essai n° 21

- 5 Cet essai, qui illustre l'invention, concerne un procédé de fabrication en continu de carbonate de calcium précipité par réaction de la chaux avec du gaz carbonique frais, ledit gaz étant issu de la décomposition de source de carbone organique sous condition supercritique.

- De plus, cet essai illustre l'utilisation d'un ou plusieurs traitements chimique et / ou
10 physique, dans la fabrication de carbonate de calcium précipité selon l'invention.

Pour ce faire, on prépare une suspension aqueuse ayant une concentration égale à 15 % en poids sec de chaux, agitée au moyen d'un agitateur mécanique.

- 15 Cette suspension a été pompée à 238 kg/h en continu, passant deux échangeurs de chaleur dans une première partie du réacteur du tube, avec un diamètre de 10 à 12 mm et une deuxième partie du réacteur du tube avec un diamètre de 6 à 8 mm.

Dans la première partie du réacteur, on a utilisé un débit de 29.0 kg/h d'oxygène.

- 20 Dans la deuxième partie de réacteur on a utilisé un débit de 11.0 kg/h d'oxygène et de 12.4 kg/h d'huile de colza, comme source de carbone organique frais.

Le réacteur mis en oeuvre pour l'essai est commercialisé par la société "Supercritical Fluid Technology Sweden AB" (Karlskoga, Suède).

- 25 Après la phase supercritique et de refroidissement, 500 ppm active d'acide formamidinesulfinique (CAS 1758-73-2), en suspension aqueuse à 10 %, par rapport au carbonate de calcium ont été introduits dans le produit à 90°C.

Paramètres de la procédure :

- | | |
|--|----------------------|
| 30 Débit d'alimentation de suspension $\text{Ca}(\text{OH})_2$: | 238 kg/h |
| Température / pression dans le bac d'alimentation | 20°C / 1 bar |
| Température / pression dans les échangeurs de chaleur | 255-367°C / 237 bars |

33

34

Température / pression dans la première partie du réacteur	473-569°C / 235 bars
Température / pression dans la deuxième partie du réacteur	534-567°C / 231 bars
Température / pression dans les échangeurs de chaleur	364-380°C / 229 bars
Température / pression en sortie des échangeurs de chaleur 1	271°C / 229 bars
5 Température / pression en sortie des échangeurs de chaleur 2	59°C / 226 bars

La Demanderesse indique que le dispositif dispose en fait de 2 échangeurs de chaleur, notés 1 et 2.

- 10 Le produit a ensuite été refroidi à 16°C et la pression réduite à pression atmosphérique. Le produit obtenu, récupéré dans un réservoir final, est un carbonate de calcium précipité selon l'invention, dont le taux de transformation nucléaire de carbone ^{14}C en ^{12}C est supérieur à 850 transformations par heure et par gramme.

- 15 Une partie de ce produit est ensuite séchée à 120°C en vue d'être analysée. Le carbonate de calcium précipité obtenu est de structure calcite pure, après analyse infrarouge et XRD.

- Le dessin n°6 correspond à une photo prise par microscope électronique à balayage du produit obtenu.
- 20

Une deuxième partie d'échantillon sous forme de suspension aqueuse a été traitée avec un aimant magnétique permanent couvert avec du Téflon.

- 25 Après 5 minutes de traitement par séparation magnétique, l'aimant était couvert d'impuretés magnétiques et / ou paramagnétiques noires et colorée, visibles à la surface. Le dessin n°7 correspond à une photo prise par microscope électronique à balayage de l'aimant après les 5 minutes de traitement.

- 30 Une troisième partie de l'échantillon a été broyée en milieu aqueux, à une concentration égale à 18 % en poids sec de carbonate de calcium, sans dispersant, avec des billes d'oxyde de zirconium et ce, pendant 1 heure.

34

REVENDICATIONS

- 1- Matière minérale synthétique contenant du carbonate caractérisée en ce qu'elle a un
taux de transformation nucléaire en carbone de ^{14}C en ^{12}C d'au moins 450
5 transformations par heure et par gramme, préférentiellement compris entre 700 et 890
transformations par heure et par gramme, très préférentiellement entre 850 et 890
transformations par heure et par gramme.
- 10 2- Matière minérale synthétique contenant du carbonate selon la revendication 1,
caractérisée en ce que le carbonate est choisi parmi les carbonates de cations
monovalents et / ou bivalents et / ou trivalents ou leurs mélanges.
- 3- Matière minérale synthétique contenant du carbonate selon la revendication 2,
15 caractérisée en ce que lesdits cations monovalents et / ou bivalents et / ou trivalents sont
choisis parmi les cations du premier ou deuxième ou troisième groupe principal du
tableau périodique de Mendeleiev.
- 4- Matière minérale synthétique contenant du carbonate selon la revendication 3,
20 caractérisée en ce que lesdits cations sont choisis parmi le lithium, le sodium, le
potassium, le magnésium, le calcium, le strontium ou leurs mélanges.
- 5- Matière minérale synthétique contenant du carbonate selon l'une quelconque des
revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le carbonate est un carbonate de calcium
25 ayant une structure cristalline de type calcite ou aragonite ou vaterite ou en ce que le
carbonate est un mélange d'un carbonate de calcium de structure de type calcique avec
un carbonate de calcium de structure de type aragonite et / ou un carbonate de calcium
de structure de type vaterite, et plus préférentiellement en ce qu'elle est un mélange de
carbonate de calcium de structure de type calcite et de structure de type aragonite.
- 30 6- Matière minérale synthétique contenant du carbonate selon l'une des revendications
1 à 5, caractérisée en ce que le carbonate a un degré de blancheur supérieur à 80 %, 36

préférentiellement supérieur à 90 %, très préférentiellement supérieur à 93 % TAPPI déterminé selon la norme TAPPI T452 ISO 2470.

- 7- Matière minérale synthétique contenant du carbonate selon l'une quelconque des
5 revendications 1 à 6, caractérisée en ce qu'elle est un mélange et / ou une co-structure avec d'autres matières minérales choisies parmi les silices naturelles et / ou synthétiques, les silicates telles que l'argile, le talc, le mica, ou encore choisies parmi les hydroxydes d'aluminium, les sulfates, les blancs satins, les phosphates tels que les brushites, les octa-calcium phosphates ou les hydroxyapatites, ou leurs mélanges.
- 10 8- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate caractérisé en ce qu'il met en œuvre du gaz carbonique issu de la fermentation aérobique ou anaérobique et préférentiellement anaérobique.
- 15 9- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate caractérisé en ce qu'il met en œuvre un mélange du gaz carbonique issu de la fermentation aérobique ou anaérobique, avec du gaz carbonique d'une autre source, préférentiellement vieux, très préférentiellement d'une décomposition thermique de carbonate
20 de calcium.
- 25 10- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique selon la revendication 9, caractérisé en ce que le mélange met en œuvre moins de 50 % en poids de gaz carbonique vieux.
- 30 11- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate selon l'une des revendications 8 à 10, caractérisé en ce que le gaz carbonique frais est issu de la fermentation de sucres ou de la combustion d'alcool, en particulier d'éthanol, de méthanol, ou des alcanes comme le méthane, l'éthane, ou tout autre alcane, provenant de la fermentation de composés organiques tels que des fruits, des alcools de

38

fruit ou encore des déchets des décharges publiques.

12- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate selon l'une des revendications 8 à 10, caractérisé en ce que le gaz carbonique frais est un
5 mélange de gaz carbonique frais issu de la fermentation de sucres avec du gaz carbonique frais issu de la combustion de composés organiques, ou en ce qu'il est issu de la fermentation des déchets des décharges sous pression supercritique.

10 13- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate, caractérisé en ce qu'il met en œuvre du gaz carbonique frais issu de la décomposition thermique ou de la dégradation par oxydation des déchets des décharges sous pression supercritique.

15 14- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate selon l'une des revendications 8 à 13, caractérisé en ce que la mise en œuvre du gaz carbonique s'effectue à une température comprise entre 5°C et 100°C, préférentiellement entre 20°C et 30°C.

20 15- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate selon l'une quelconque des revendications 8 à 14, caractérisé en ce qu'il est un procédé en batch, en cascades encore dit continu ou en mélange continu-batch..

25 16- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate selon la revendication 15, caractérisé en ce qu'il est un procédé en continu, préférentiellement avec une ou plusieurs étapes de traitement chimique comme un traitement avec du silicate de sodium ou un traitement avec du silicate de sodium suivi
30 d'un ajout d'acide, comme l'acide citrique, ou l'acide phosphorique ou d'autres donneurs d' H_3O^+ , les traitements chimiques intervenant très préférentiellement en continu après le traitement d'acide carbonique.

38

39

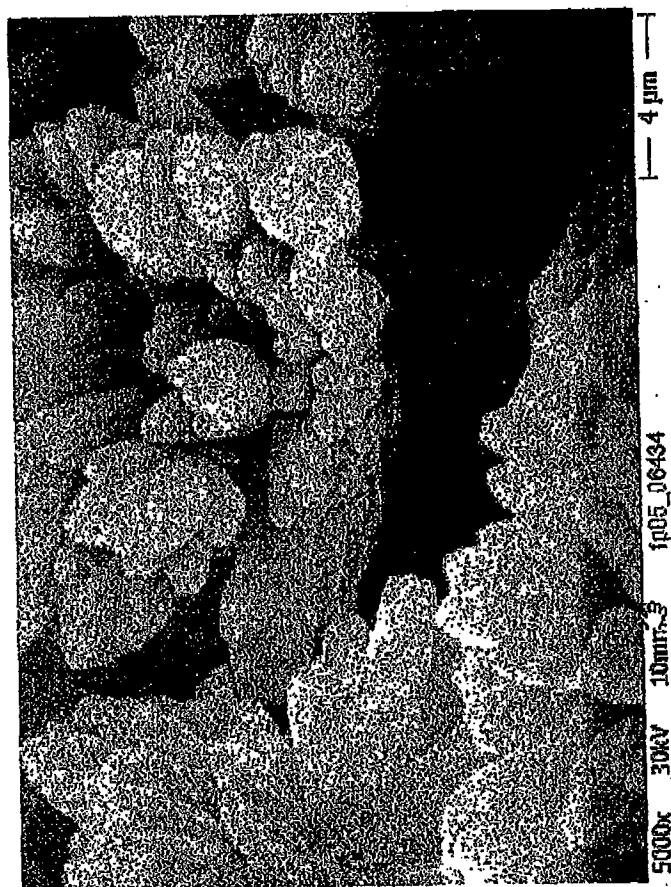
- 17- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate selon la revendication 15, caractérisé en ce que le procédé en batch est un procédé dans lequel la réaction a lieu dans une seule cuve où tous les réactifs sont introduits.
- 5 18- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate selon la revendication 15, caractérisé en ce que le procédé en continu est un procédé dans lequel le gaz carbonique frais mis en œuvre ou le mélange de gaz carbonique frais avec le gaz carbonique vieux mis en œuvre est introduit dans une cascade de n réacteurs installés en série et / ou en parallèle, n désignant un nombre allant de 1 à 50,
10 préférentiellement 1 à 10, très préférentiellement 1 à 5.
- 19- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate selon la revendication 15, caractérisé en ce que le procédé en mélange continu-batch est un procédé de synthèse en continu suivi d'un nombre m d'étapes en batch, lesdites
15 étapes étant l'ajout de gaz carbonique au stockage ou une étape de traitement physique ou une étape de traitement chimique tel qu'un traitement avec du silicate de sodium suivi de l'ajout d'un acide tel que l'acide citrique ou l'acide phosphorique, ou o étapes correspondant à l'introduction d'un dispersant, m désignant un nombre variant de 1 à 5, et préférentiellement de 1 à 2, et o désignant un nombre variant de 0 à 3,
20 préférentiellement de 0 à 1.
- 20- Procédé de fabrication de matière minérale synthétique contenant du carbonate selon l'une des revendications 8 à 19, caractérisé en ce que ledit procédé comprend éventuellement au moins une étape de dispersion et / ou au moins une étape de broyage,
25 éventuellement en présence d'au moins un agent dispersant et / ou d'au moins un agent d'aide au broyage.
- 21- Utilisation des matières minérales selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 dans le domaine pharmaceutique avec des produits tels que les médicaments, le domaine
30 de l'alimentation humaine ou animale, ou encore le domaine papetier tel que la fabrication du papier, la masse et / ou le couchage sur un support papier ou plastique ou encore tout autre traitement de surface du papier et / ou du plastique, le plastique étant

39

4/7

44

DESSIN N° 4



44

45

DESSIN N° 5

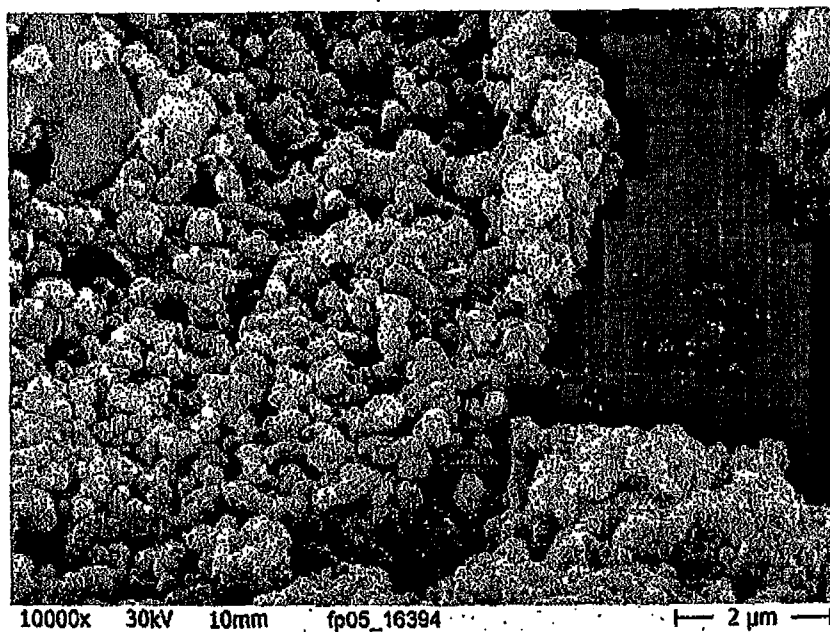


45

6/7

46

DESSIN N° 6

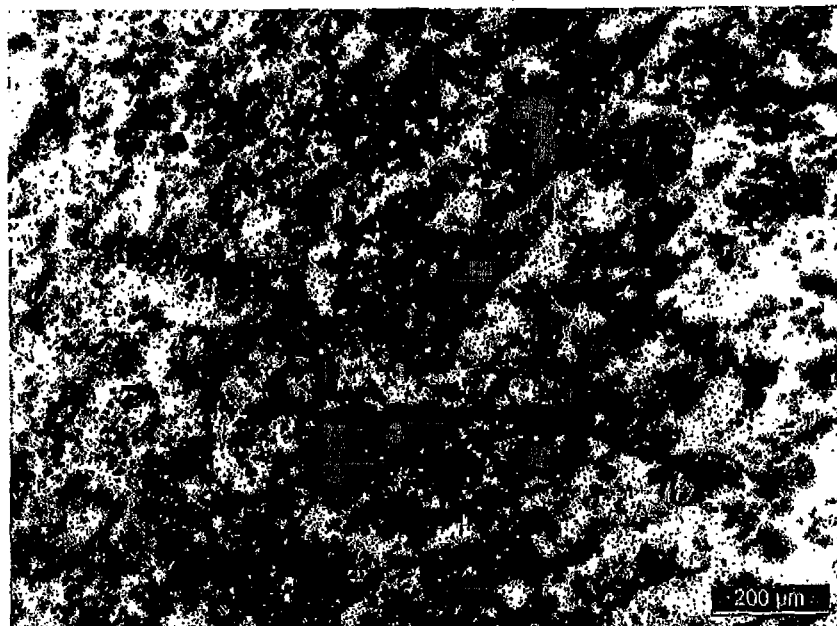


46

7/7

47

DESSIN N° 7



47

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/IB2006/001321

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
INV. C01B31/24 D21H19/38	C01F11/18 A61K33/10	C09D11/00 A23L1/03
C09D7/12 C08K3/26		
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) C01B C01F C09D C08K D21H A61K A23L		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	GB 2 143 810 A (* DUNCAN LAGNESE AND ASSOCIATES) 20 February 1985 (1985-02-20) page 1, line 39 - page 2, line 7 page 3, line 48 - line 54 page 4, line 5 - line 27 page 11, line 1 - line 19	1-4, 7-15,21
X	US 5 286 468 A (CHANG ET AL) 15 February 1994 (1994-02-15) column 4, line 17 - line 38 column 5, line 24 - line 30 column 8, line 34 - line 51	1-4
-/-		
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: 'A' document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance 'E' earlier document but published on or after the international filing date 'L' document which may throw 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 'Z' document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 14 September 2006		Date of mailing of the international search report 25/09/2006
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3018		Authorized officer Marucci, Alessandra

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/IB2006/001321

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 200023 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class J01, AN 2000-264912 XP002355813 & JP 2000 070678 A (MITSUBISHI JUKOGYO KK) 7 March 2000 (2000-03-07) abstract	1-4
X	US 6 521 365 B1 (SONG SEOK MOK) 18 February 2003 (2003-02-18) column 3, line 23 - line 38 column 9, line 6 - line 13	1-4, 7-13, 15, 21
A	US 5 865 898 A (HOLTZAPPLE ET AL) 2 February 1999 (1999-02-02) the whole document	1-21

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/IB2006/001321

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 2143810	A	20-02-1985	DE 3422959 A1 FR 2548213 A1 NL 8401767 A	24-01-1985 04-01-1985 16-01-1985
US 5286468	A	15-02-1994	CA 2061307 A1 KR 9702891 B1	22-08-1992 12-03-1997
JP 2000070678	A	07-03-2000	NONE	
US 6521365	B1	18-02-2003	JP 3723061 B2 JP 2001096260 A KR 2000071895 A	07-12-2005 10-04-2001 05-12-2000
US 5865898	A	02-02-1999	US 5693296 A	02-12-1997

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/IB2006/001321

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C01B31/24 C01F11/18 C09D11/00 C09D7/12 C08K3/26 D21H19/38 A61K33/10 A23L1/03				
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB				
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C01B C01F C09D C08K D21H A61K A23L				
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche				
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-internal, WPI Data				
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS				
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents			no. des revendications visées
X	GB 2 143 810 A (* DUNCAN LAGNESE AND ASSOCIATES) 20 février 1985 (1985-02-20) page 1, ligne 39 - page 2, ligne 7 page 3, ligne 48 - ligne 54 page 4, ligne 5 - ligne 27 page 11, ligne 1 - ligne 19			1-4, 7-15,21
X	US 5 286 468 A (CHANG ET AL) 15 février 1994 (1994-02-15) colonne 4, ligne 17 - ligne 38 colonne 5, ligne 24 - ligne 30 colonne 8, ligne 34 - ligne 51			1-4
-/-				
☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ Les documents de la liste de brevets sont indiqués en annexe				
* Catégories spéciales de documents cités: "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (tels qu'indiqués) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent: l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent: l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "Z" document qui fait partie de la même famille de brevets				
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 14 septembre 2006			Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 25/09/2006	
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 6818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax (+31-70) 340-3016			Fonctionnaire autorisé Marucci, Alessandra	

Formulaire PCT/ISA/210 (dixième édition) (avril 2005)

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/IB2006/001321

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 200023 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class J01, AN 2000-264912 XP002355813 & JP 2000 070678 A (MITSUBISHI JUKOGYO KK) 7 mars 2000 (2000-03-07) abrégé	1-4
X	US 6 521 365 B1 (SONG SEOK MOK) 18 février 2003 (2003-02-18) colonne 3, ligne 23 - ligne 38 colonne 9, ligne 6 - ligne 13	1-4, 7-13, 15, 21
A	US 5 865 898 A (HOLTZAPPLE ET AL) 2 février 1999 (1999-02-02) le document en entier	1-21

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/IB2006/001321

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
GB 2143810	A	20-02-1985	DE 3422959 A1	24-01-1985
			FR 2548213 A1	04-01-1985
			NL 8401767 A	16-01-1985
US 5286468	A	15-02-1994	CA 2061307 A1	22-08-1992
			KR 9702891 B1	12-03-1997
JP 2000070678	A	07-03-2000	AUCUN	
US 6521365	B1	18-02-2003	JP 3723061 B2	07-12-2005
			JP 2001096260 A	10-04-2001
			KR 2000071895 A	05-12-2000
US 5865898	A	02-02-1999	US 5693296 A	02-12-1997

54

MATERIAS MINERALES QUE CONTIENEN CARBONATO CON EMISIÓN DE
GAS CARBÓNICO COMBUSTIBLE FÓSIL REDUCIDA DURANTE SUS
DESCOMPOSICIONES ASÍ COMO SU PROCESO DE SÍNTESIS Y SUS
UTILIZACIONES

5

La presente invención concierne al ámbito de las materias minerales (cargas y / o pigmentos minerales) que contienen carbonato así como sus sectores de aplicación.

10

En estos sectores de aplicación, que son el ámbito farmacéutico en particular con productos tales como los fármacos, el ámbito de la alimentación humana o animal, o incluso el ámbito papelerero en particular con la fabricación del papel, la masa o el estucado o incluso cualquier otro tratamiento de superficie del papel así como los

15 ámbitos de las pinturas acuosas o no acuosas así como el ámbito de las materias plásticas como en particular las cargas para película de polietileno respirables o incluso el ámbito de las tintas de impresión, es habitual que se utilicen antes, durante o después de la producción de estos diversos productos, materias minerales (cargas y / o pigmentos) naturales o sintéticos que contienen carbonato.

20

Con el fin de respetar el medio ambiente y de luchar contra el efecto de invernadero y en el marco de la Convención sobre el cambio climático de nuestro planeta, se ha firmando un protocolo relativo a las emisiones de gas carbónico a la atmósfera en Kyoto el 11 de diciembre de 1997 con el fin de reducir la cantidad de estas emisiones de gas

25 carbónico a la atmósfera.

Con el fin de reducir estas emisiones de gas carbónico que proceden, en un 80% aproximadamente, de la combustión del carbón, del petróleo o del gas natural y que resultan, en un 43 %, de las emisiones globales del sector industrial, la Solicitante ha

30 descubierto, después de numerosas investigaciones, por una parte nuevas materias minerales (cargas y / o pigmentos) que sólo emiten, durante su descomposición, pequeñas cantidades de gas carbónico combustible fósil y por otra parte su proceso de síntesis.

54

55

A este nivel, cabe destacar que por gas carbónico combustible fósil, la Solicitante entiende el gas carbónico procedente principalmente de la combustión de las energías fósiles tales como el carbón, el petróleo o el gas natural o de la calcinación de los minerales.

Por lo que la invención concierne a una nueva materia mineral sintética que contiene carbonato cuya descomposición reduce el porcentaje de emisión de gas carbónico combustible fósil.

10

También hace referencia a la fabricación de esta nueva materia mineral en batch, en cascadas incluso denominada en continuo o en mezcla continua-batch así como sus utilizaciones en los diversos ámbitos que son el ámbito farmacéutico, el ámbito de la alimentación humana o animal, o incluso el ámbito papelerero en particular con la fabricación del papel, la masa o el estucado o incluso cualquier otro tratamiento de superficie del papel así como los ámbitos de las pinturas acuosas o no acuosas así como el ámbito de las materias plásticas como en particular el de las películas de polietileno respirables o incluso el ámbito de las tintas de impresión.

20 El problema que se plantea por lo tanto al profesional, para respetar el protocolo de Kyoto en término de emisión de gas carbónico a la atmósfera, no ha descubierto ninguna solución satisfactoria en el arte anterior conocida a día de hoy por la Solicitante.

25 En efecto a día de hoy, la Solicitante conoce más de 100 patentes relativas a la síntesis de carbonato de calcio sintética aún denominado carbonato de calcio precipitado, habitualmente denominado "PCC". Estas patentes describen principalmente o bien procesos de síntesis de carbonato de calcio sintético, basados en la calcinación de carbonato de calcio natural y la reutilización del gas carbónico liberado, o bien procesos basados en la reacción de la cal y del gas carbónico cuya fuente procede del carbón, del petróleo o del gas natural. Además, una gran mayoría indica que la fuente del gas carbónico no influye sobre el producto final obtenido.

55

Por lo que la Solicitante puede, entre estas numerosas patentes, mencionar las patentes americanas US 6 251 356, US 6 666 953, US 6 579 410, US 6 540 870, US 6 540 878, US 6 475 459, US 6 440 209, US 6 221 146, US 6 416 727 o incluso los documentos WO 01/17905, EP 0 799 797, EP 1 222 146 o JP 08/252595 que divulgan la síntesis de PCC mediante el uso de gas carbónico procedente de la combustión de energía fósil sin hablar del carbono 14 (^{14}C).

Por otra parte, un estudio realizado sobre la reducción de las emisiones de gas carbónico (Possibilities of reducing CO₂ Emissions in the Finnish Forest Industry, S.Siitonen & P. Ahtila, Otaniemi 2002 published by Finnish Forest, Industries Federation, Helsinki 9/2002) conduce al profesional a contemplar el uso del gas carbónico procedente de los hornos de cal para fabricar el PCC y reducir la cantidad de gas carbónico emitido.

Así, el profesional que debe encontrar una solución para reducir la emisión de gas carbónico procedente de la combustión de energía fósil no tenía a día de hoy ninguna solución satisfactoria.

Frente a este problema, la Solicitante ha descubierto de manera inesperada que las materias minerales sintéticas que contienen carbonato con un porcentaje elevado de carbono 14 (^{14}C) permiten respetar el protocolo de Kyoto gracias a la reducción de la Emisión de gas carbónico combustible fósil.

Por consiguiente, el primer objetivo de la invención es una nueva materia mineral sintética que contiene carbonato con un porcentaje elevado de carbono 14 (^{14}C).

Otro objetivo de la invención es un proceso de fabricación de las materias minerales sintéticas que contienen carbonato con un porcentaje elevado de carbono 14 (^{14}C).

Un objetivo adicional de la invención es el uso de las materias minerales sintéticas según la invención en los ámbitos indicados anteriormente.

30

En toda la presente solicitud, cabe destacar que por materia mineral, la Solicitante entiende pigmento mineral y / o carga mineral.

57

De este modo, la materia mineral sintética que contiene carbonato con un porcentaje elevado de ^{14}C según la invención se caracteriza en que tiene un porcentaje de transformación nuclear en carbono de ^{14}C en ^{12}C de al menos 450 transformaciones por hora y por gramo, preferentemente incluido entre 700 y 890 transformaciones por hora y por gramo, y muy preferentemente entre 850 y 890 transformaciones por hora y por gramo.

En toda la presente solicitud y en las reivindicaciones, el porcentaje de transformación nuclear en carbono de ^{14}C en ^{12}C de la materia mineral sintética se efectúa según un método de determinación del porcentaje de transformación nuclear cuya originalidad radica en la etapa de preparación de la muestra.

En efecto, los métodos clásicos de análisis del porcentaje de transformación nuclear en carbono de ^{14}C en ^{12}C conocidos hasta día de hoy están basados en una etapa de preparación constituida de una descomposición térmica a temperatura elevada (aproximadamente 1000°C) mediante combustión o calcinación de la muestra a analizar y luego de la recolecta del gas carbónico liberado y retenido a baja temperatura antes de su reducción, mediante hidrogenación catalítica, en átomos de carbono elemental cuya composición en isótopo $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ y $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ así como ^{14}C está medida por un espectrofotómetro de masa.

Sin embargo, se revela que estos métodos basados en la descomposición térmica de la muestra a analizar no permiten diferenciar las fuentes del gas carbónico, es decir no permiten diferenciar el carbono procedente de las fases orgánicas y de las fases inorgánicas o minerales.

Por tanto, la Solicitante ha puesto a punto un método de determinación del porcentaje de transformación nuclear caracterizado por una etapa de preparación de la muestra mediante un donante de H_3O^+ , tal como en particular el ácido clorhídrico, u otros donantes de H_3O^+ más fuertes como el ácido carbónico como en particular el ácido fosfórico, y que permiten dosificar solamente el carbono procedente de la fase inorgánica o mineral de la muestra a analizar.

57

Este proceso de determinación del porcentaje de transformación nuclear de ^{14}C en ^{12}C de la materia mineral sintética que contiene el carbonato según la invención se caracteriza en que incluye:

- 5 a) una etapa de preparación de la muestra constituida por un ataque de la muestra por un donante de H_3O^+ , preferentemente el ácido clorhídrico o cualquier donante de H_3O^+ más fuerte que el ácido carbónico como el ácido fosfórico,
- b) una etapa de recolecta del gas carbónico liberada en una trampa a la temperatura del
10 nitrógeno líquido,
- c) una etapa de reducción del gas carbónico, mediante hidrogenación sobre catalizador de hierro, en átomo de carbono elemental ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}/^{14}\text{C}$)
- 15 d) luego el análisis por medición radiológica, en particular por espectroscopia de masa de la composición en isótopo $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ y $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ así como ^{14}C comparada a un estándar internacional de referencia que permite establecer el porcentaje de transformación nuclear por hora y por gramo.

20 Una variante preferencial del proceso de determinación del porcentaje de transformación nuclear, se caracteriza en que se añade, entre la etapa del ataque ácido y la de la recolecta del gas carbónico liberado, una trampa adicional que tiene una temperatura de 20°C a 30°C por encima de la trampa de la etapa b), con el fin de evitar cualquier contaminación por otros compuestos volátiles procedentes de la muestra.

25

La Solicitante subraya que los porcentajes de transformación nuclear de 450 transformaciones por hora y por gramo, preferentemente incluido entre 700 y 890 transformaciones por hora y por gramo, muy preferentemente entre 850 y 890 transformaciones por hora y por gramo, y que son la característica esencial del producto
30 objeto de la invención, pueden sin embargo ser determinados por cualquier otro método apropiado.

59

La muestra a analizar según la invención está constituida de la materia mineral que contiene carbonato según la invención, y puede ser una hoja de papel que contiene la materia mineral, un carbonato de calcio tratado por compuestos orgánicos, una composición de cloruro de polivinilo (PVC), un carbonato de calcio con impurezas orgánicas o cualquier otra muestra.

- De manera particular, las materias minerales según la invención se caracterizan en que el carbonato está elegido entre los carbonatos de cationes monovalentes y / o bivalentes y / o trivalentes o sus mezclas.
- 10 De manera más particular, estas materias minerales según la invención se caracterizan en que dichos cationes monovalentes y / o bivalentes y / o trivalentes se eligen entre los cationes del primer o segundo grupo principal de la tabla periódica de Mendeleiev.

De manera muy particular, dichos cationes se eligen entre el litio, el sodio, el potasio, el magnesio, el calcio, el estroncio o sus mezclas.

La materia mineral sintética que contiene un carbonato según la invención se caracteriza de manera preferencial en que es un carbonato de calcio que tiene una estructura cristalina de tipo calcita o aragonita o vaterita o en que es una mezcla de un carbonato de calcio de estructura de tipo cálcico con un carbonato de calcio de estructura de tipo aragonita y / o un carbonato de calcio de estructura de tipo vaterita, y más preferentemente en que es una mezcla de estructura de tipo calcita y de estructura de tipo aragonita.

25 De manera particular dicho carbonato de calcio según la invención de estructura cristalina mencionada anteriormente se caracteriza en que tiene un grado de blancura superior al 80 %, preferentemente superior al 90 %, muy preferentemente superior al 93 % TAPPI determinado según la norma TAPPI T452 ISO 2470.

30 En otra variante de la invención, la materia mineral sintética que contiene carbonato según la invención se caracteriza en que es una mezcla y / o una coestructura del carbonatos indicados anteriormente con otras materias minerales elegidas entre los sílices naturales y / o sintéticos, los silicatos tales como en particular la arcilla, el talco,

59

la mica, o incluso elegidas entre los hidróxidos de aluminio, los sulfatos, los blancos satenes, los fosfatos como las brushitas, octacalcio de fosfato o las hidroxiapatitas, o sus mezclas.

- 5 El proceso de fabricación de las materias minerales según la invención se caracteriza en que utiliza gas carbónico procedente de la fermentación aeróbica o anaeróbica, preferentemente anaeróbica y más en particular procedente de la fermentación de azúcares o de la combustión de alcohol procedente de la fermentación de compuestos orgánicos.

10

En la continuación de la presente solicitud, la Depositante precisa que el gas carbónico procedente de la fermentación aeróbica o anaeróbica, o de la fermentación de azúcares o de la combustión de alcohol procedente de la fermentación de compuestos orgánicos será llamado gas carbónico fresco al contrario que el gas carbónico combustible fósil
15 procedente de la combustión de las energías fósiles tales como el carbón, el petróleo o el gas natural, o incluso del gas carbónico procedente de la calcinación del carbonato de calcio natural que será denominado gas carbónico viejo.

20

De manera particular el gas carbónico fresco procede de la fermentación de azúcares o de la combustión de alcohol, en particular de etanol, de metanol, o de los alcanos como el metano, el etano, o cualquier otro alcano, procedente de la fermentación de compuestos orgánicos como frutas, alcoholes de fruta o incluso residuos de los vertederos públicos o procede de la fermentación o de la descomposición térmica o de la degradación por oxidación de los residuos de los vertederos bajo presión supercrítica.

25

Otra forma particular radica en que el gas carbónico fresco utilizado en el proceso según la invención es una mezcla de gas carbónico fresco procedente de la fermentación de azúcares con gas carbónico fresco procedente de la combustión de compuestos orgánicos.

30

Otra variante del proceso según la invención se caracteriza en que utiliza una mezcla del gas carbónico procedente de la fermentación aeróbica o anaeróbica, preferentemente anaeróbica y más en particular procedente de la fermentación de azúcares o de la

61

combustión de alcohol procedente de la fermentación de compuestos orgánicos, con gas carbónico viejo. Según esta variante, el proceso según la invención está caracterizado en que la mezcla utiliza menos del 50 % en peso de gas carbónico viejo.

- 5 De manera más particular, el proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según la invención se caracteriza en que el uso del gas carbónico se efectúa a una temperatura incluida entre 5°C y 100°C, preferentemente entre 20°C y 30°C.
- 10 Este proceso según la invención se caracteriza en que es un proceso en batch, en cascadas incluso denominado continuo o en mezcla continua-batch.

Por proceso por batch, la Solicitante entiende un proceso de fabricación en el cual la reacción se produce en una única cuba donde se introducen todos los reactivos.

15

Por proceso en cascadas incluso denominado continuo, la Solicitante entiende un proceso de fabricación en el cual el gas carbónico fresco utilizado es introducido en una cascada de n reactores instalados en serie y / o en paralelo cuyo montaje en serie está ilustrado por el dibujo nº 1.

20

En este dibujo nº 1, la Solicitante designa por "n" el número de reactores en cascadas en los cuales se introducen en continuo el gas carbónico y / o cualquier otro aditivo, siendo este número n incluido entre 1 y 50, preferentemente entre 1 y 10, y muy preferentemente entre 1 y 5.

25

- Por proceso en mezcla continua-batch, la Solicitante entiende un proceso de síntesis en continuo seguido por una o varias etapas en batch, pudiendo ser esta o estas últimas etapas la introducción de gas carbónico en el almacenamiento o la introducción de diversos aditivos o incluso una etapa de tratamiento físico (como una molienda, una centrifugación, una concentración térmica, una concentración mecánica) o una etapa de tratamiento químico como un tratamiento con silicato de sodio seguido por la introducción de un ácido tal como el ácido cítrico o el ácido fosfórico o eventualmente al menos una etapa de introducción de un dispersante.
- 30

61

En el dibujo n° 2 que ilustra este proceso mezcla continua-batch, la Solicitante designa por "m" el número de tratamientos físicos o químicos precitados, este o estos tratamientos que pueden ser en particular un tratamiento por concentración mecánica
5 mediante el uso de una centrifugadora.

Este número "m" varía de 1 a 5, preferentemente de 1 a 2.

Asimismo en este dibujo n° 2, la Solicitante indica por "o" el número de etapas
10 correspondiente a la eventual introducción de un dispersante, siendo este dispersante de cualquier tipo de dispersante conocido por el profesional cuya elección sea adaptada de manera evidente por el profesional en función de la aplicación contemplada.

Este número "o" varía de 0 a 3, preferentemente de 0 a 1.

15 Por último, el proceso según la invención se caracteriza en que incluye eventualmente al menos una etapa de dispersión y / o al menos una etapa de molienda en medio seco o en medio húmedo, en presencia de eventualmente al menos un agente dispersante y / o al menos un agente de ayuda a la molienda. El profesional sabrá adaptar la elección de sus eventuales agentes dispersantes y / o agentes de ayuda a la molienda en función de la
20 aplicación final contemplada.

Por último, las materias minerales según la invención se utilizan en el ámbito farmacéutico con productos como los fármacos, el ámbito de la alimentación humana o animal, o incluso el ámbito papelerero tal como la fabricación del papel, la masa y / o el
25 estucado sobre un soporte papel o plástico o incluso cualquier otro tratamiento de superficie del papel y / o del plástico, siendo el plástico preferentemente elegido entre las poliolefinas del tipo polietileno o polipropileno y sus derivados, así como los ámbitos de las pinturas acuosas o no acuosas así como el ámbito de las materias plásticas o incluso el ámbito de las tintas de impresión.

30

El uso de las materias minerales en el estucado del papel se realiza preferentemente durante operaciones de estucado por hoja, transferencia de película, por cortina de agua o incluso por "size-press".



El uso de las materias minerales como carga de masa del papel se realiza preferentemente por introducción de la materia mineral según la invención a diferentes sitios antes y / o durante la formación de la hoja.

Las materias minerales según la invención utilizadas en el ámbito de las tintas de impresión se utilizan en las tintas para impresión de chorro de tinta, para impresión offset y / o rotograbado.

El alcance y el interés de la invención serán mejor entendidos gracias a los siguientes ejemplos, que no son limitativos.

10 Ejemplo 1

Este ejemplo ilustra diferentes procesos del arte anterior que utiliza un gas carbónico viejo.

15 Ensayo n° 1

Este ensayo, que ilustra el arte anterior, concierne a un proceso de fabricación de carbonato de calcio precipitado mediante reacción de la cal con gas carbónico viejo procedente de la combustión de energía fósil como el butano.

20

Para ello, después de haber producido óxido calcio CaO mediante calcinación de un carbonato de calcio natural triturado (Omyapure™ de la sociedad Omya SAS) en un horno de mufla durante 6 horas a 900°C, se pone en suspensión el óxido de calcio CaO en un contenedor que contiene agua sin gas carbónico para formar una suspensión de hidróxido de calcio Ca(OH)₂.

25

Una vez formada esta suspensión de cal con una concentración ponderal en materia seca igual al 10 %, se introduce a temperatura ambiente (22°C ± 2°C) gas carbónico viejo, procedente de la combustión de butano mediante un quemador de camping gas, hasta que el pH caiga de un valor fuertemente alcalino del orden de 13 hasta un valor incluido entre 8,0 y 8,5.

30

El producto obtenido, que es un carbonato de calcio precipitado del arte anterior, es luego secado a 140°C.

Ensayo n° 2

5

Este ensayo, que ilustra el arte anterior, concierne a un proceso de fabricación de carbonato de calcio precipitado mediante reacción de la cal con gas carbónico viejo procedente de la calcinación de carbonato de calcio natural.

- 10 Para ello, con el mismo material y el mismo modo operatorio que en el ensayo anterior, se hace reaccionar gas carbónico viejo, procedente de la calcinación en un horno de mufla a 900°C de un carbonato de calcio natural triturado (Omyapure™ de la sociedad Omya SAS), con una suspensión de cal al 10 % en peso de materia seca.

- 15 El producto obtenido, que es un carbonato de calcio precipitado del arte anterior, es luego secado a 140°C.

Ensayo n° 3

- 20 Este ensayo, que ilustra el arte anterior, concierne a un proceso de fabricación de carbonato de estroncio por reacción de hidróxido de estroncio con gas carbónico viejo procedente de la calcinación de carbonato de calcio natural.

- 25 Para ello, se pone en suspensión el hidróxido de estroncio $\text{Sr}(\text{OH})_2 \times 8 (\text{H}_2\text{O})$, (Lote 9329A de Riedel-de Haën), en un contenedor que contiene agua sin gas carbónico para formar una suspensión de hidróxido de estroncio a una concentración en materia seca igual al 10 % en peso.

- 30 Una vez formada esta suspensión, se introduce a temperatura ambiente ($22^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$) gas carbónico viejo, procedente de la calcinación en un horno de mufla a 900°C de un carbonato de calcio natural triturado (Omyapure™ de la sociedad Omya SAS), hasta que el pH caiga hasta un valor incluido entre 8,0 y 8,5.

El producto obtenido, que es un carbonato de estroncio del arte anterior, es luego secado a 140°C.

Ejemplo n° 2

5

Este ejemplo ilustra el proceso según la invención que utiliza gas carbónico fresco.

Ensayo n° 4

10 Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación de carbonato de calcio precipitado mediante reacción de la cal con gas carbónico fresco procedente de la combustión de etanol procedente de la fermentación de un compuesto orgánico tal como kirsch.

15 Para ello, después de haber producido del óxido calcio CaO por calcinación de un carbonato de calcio natural triturado (Omyapure™ de la sociedad Omya SAS) en un horno de mufla durante 6 horas a 900°C, se pone en suspensión el óxido de calcio CaO en un contenedor que contiene agua sin gas carbónico para formar una suspensión de hidróxido de calcio Ca(OH)₂.

20

Al mismo tiempo, un alcohol de kirsch comprado en un supermercado ha sido destilado del 37 % en volumen al 65 % en volumen, y posteriormente ha sido tratado con sulfato de sodio para absorber el resto del agua y obtener una concentración del 97 % en etanol.

25 Una vez formada esta suspensión de cal y obtenido este alcohol, se introduce en la suspensión de cal y a temperatura ambiente (22°C ± 2°C) el gas carbónico fresco, procedente de la combustión del etanol precipitado mediante un quemador de metanol hasta que el pH caiga hasta un valor incluido entre 8,0 y 8,5.

30 El producto obtenido, que es un carbonato de calcio precipitado según la invención, es luego secado a 140°C.

Ensayo n° 5

66

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación de carbonato de estroncio por reacción de hidróxido de estroncio con gas carbónico fresco procedente de la combustión de etanol procedente de la fermentación de un compuesto orgánico tal como kirsch.

Para ello, se pone en suspensión el hidróxido de estroncio $\text{Sr}(\text{OH})_2 \times 8 (\text{H}_2\text{O})$, (lote 9329A de Riedel-de Haën), en un contenedor que contiene agua sin gas carbónico para formar una suspensión de hidróxido de estroncio a una concentración en materia seca igual al 10 % en peso.

Al mismo tiempo, un alcohol de kirsch comprado en un supermercado ha sido destilado del 37 % en volumen al 65 % en volumen, y posteriormente ha sido tratado con sulfato de sodio para absorber el resto del agua y obtener una concentración del 97 % en etanol.

Una vez formada esta suspensión de hidróxido de estroncio $\text{Sr}(\text{OH})_2 \times 8 (\text{H}_2\text{O})$ y obtenido este alcohol, se introduce en la suspensión de hidróxido de estroncio y a temperatura ambiente ($22^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$) el gas carbónico fresco, procedente de la combustión del etanol precitado mediante un quemador de metanol hasta que el pH caiga hasta un valor incluido entre 8,0 y 8,5.

El producto obtenido, que es un carbonato de estroncio según la invención, es luego secado a 140°C .

Ensayo n° 6

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación por batch de carbonato de calcio precipitado mediante reacción de la cal con gas carbónico fresco procedente de la fermentación de un azúcar.

Para ello, después de haber producido óxido calcio CaO mediante calcinación de un carbonato de calcio natural triturado (Omyapure™ de la sociedad Omya SAS) en un horno de mufla durante 6 horas a 900°C , se pone en suspensión 30 g del óxido de calcio

66

CaO en un vaso que contiene 200 g de agua sin gas carbónico para formar una suspensión de hidróxido de calcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Por otra parte, se introduce, en un recipiente de 5 litros, 1 kg de azúcar doméstico refinado ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$) que se disuelve en 4 litros de agua destilada a los cuales se añaden 7 g secos de levadura de pan con el fin de permitir la liberación de gas carbónico procedente de la fermentación del azúcar.

Este gas carbónico fresco que se crea y que es formado continuamente durante 21 días por la fermentación del azúcar es entonces introducido en la suspensión de cal durante estos 21 días a temperatura ambiente ($22^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$) hasta que el pH caiga hasta un valor de aproximadamente $7 \pm 0,3$.

Esta introducción del gas carbónico fresco en la suspensión de cal se efectúa mediante un recipiente de lavado con agua destilada que recolecta el eventual etanol volatilizado.

15

El producto obtenido, que es un carbonato de calcio precipitado según la invención, es luego secado a 140°C .

Ensayo n° 7

20

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación en continuo de carbonato de calcio precipitado por reacción de la cal con gas carbónico fresco procedente de la fermentación de un azúcar.

25 Para ello, se introduce, en una cascada de 4 reactores llenados con agua destilada e instalados en serie, como se ilustra en el dibujo n° 1, una suspensión acuosa de cal y de gas carbónico fresco procedente de la fermentación de una mezcla de 500 g de sacarosa y 42 g de levadura de pan (*saccharomyces cerevisiae*) en 4 litros de agua.

30 Así, se prepara en primer lugar una suspensión acuosa de cal por puesta en suspensión de 1000 g de hidróxido de calcio en un recipiente que contiene 50 litros de agua sin gas carbónico y agitada por un agitador mecánico.

6a

Posteriormente, se dispone de 4 frascos cerrados de 5 litros, en cada uno de los cuales se disuelve una mezcla de 500 gramos de azúcar doméstico refinado ($C_{12}H_{23}O_{11}$) y 42 gramos de levadura de pan en 4 litros de agua destilada con el fin de permitir la liberación de gas carbónico procedente de la fermentación del azúcar durante 5 días.

5 -

Una vez efectuadas estas operaciones, se inicia simultáneamente la introducción del gas carbónico anteriormente formado en cada uno de los frascos y el bombeo de la suspensión de cal contenida en el recipiente agitado por un agitador mecánico de manera continua a los 4 reactores equipados con una tapa y unidos entre ellos mediante

10 un tubo.

El caudal de introducción de la suspensión de cal corresponde a una introducción de 7,35 g en peso seco de cal por hora hasta que 45 de los 50 litros de suspensión de cal hayan pasado a los 4 reactores de carbonatación.

15

Así el gas carbónico fresco, que se crea y que es formado de forma continua durante 5 días por la fermentación del azúcar, es introducido en los 4 reactores agitados a 400 vueltas por minuto y a una temperatura igual a $25^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ durante los 5 días.

20 El pH en el cuarto reactor tiene un valor incluido entre 6,7 y 7,3.

Esta introducción del gas carbónico fresco en la suspensión de cal se efectúa mediante un recipiente de lavado con agua destilada que recolecta el eventual etanol volatilizado.

25 El producto obtenido, recuperado en un depósito final es un carbonato de calcio precipitado según la invención, que es luego secado a 140°C .

30 Este carbonato de calcio precipitado obtenido es una pura calcita como lo muestra el espectro infrarrojo y con la distribución granulométrica siguiente, expresada en porcentaje en peso de las partículas y medida con un granulómetro de tipo Sedigraph™ 5100:

- 77 % tienen un diámetro $< 2 \mu\text{m}$,
- 44 % tienen un diámetro $< 1 \mu\text{m}$,

68

- 6 % tienen un diámetro $< 0,2 \mu\text{m}$.

69

Ensayo n° 8

- 5 Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación en continuo de un carbonato de calcio precipitado obtenido por reacción de la cal con gas carbónico fresco procedente de la fermentación de un azúcar, y posteriormente tratado en un quinto reactor por un silicato de sodio.
- 10 Para ello, se dispone de una cascada de 5 reactores dispuestos en serie como se ilustra en el dibujo n° 2.

- En la cascada de los 4 primeros reactores, el producto obtenido con el mismo modo operatorio que el ensayo anterior, es un carbonato de calcio precipitado según la
- 15 invención, que es luego tratado en el quinto reactor por silicato de sodio (Inosil 4237 de Van Berle), diluido en agua al 1 % en peso, en cantidad equivalente al 4 % en peso seco con respecto al peso seco de carbonato de calcio formado. La dosificación ha sido fijada a 0,22 g de silicato de sosa por hora, lo que corresponde a 22 ml por hora de una solución al 1 % en peso.

20

El pH es entonces de $10,8 \pm 0,1$ en el quinto reactor al final del ensayo.

Ensayo n° 9

- 25 Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación en continuo de un carbonato de calcio precipitado obtenido por reacción de la cal con gas carbónico fresco procedente de la fermentación de un azúcar, y posteriormente tratado en el penúltimo reactor por un silicato de sodio y en el último reactor por introducción de ácido cítrico.

30

Para ello, se dispone de una cascada de 6 reactores dispuestos en serie como se ilustra en el dibujo n° 2.

69

En la cascada de los 4 primeros reactores, el producto obtenido con el mismo modo operatorio que el ensayo anterior, es un carbonato de calcio precipitado según la invención, que es luego tratado en el quinto reactor por silicato de sodio (Inosil 4237 de Van Berle) en cantidad equivalente al 4 % en peso seco con respecto al peso seco de carbonato de calcio formado. El pH es entonces de $10,8 \pm 0,1$.

En el sexto reactor que permite el control del pH y su ajuste, se procede a la introducción en continuo de la cantidad necesaria de ácido cítrico para obtener un pH de un valor igual a $8,5 \pm 0,3$.

10

Cabe destacar en este ejemplo, que la introducción en este sexto reactor habría podido, de manera equivalente, realizarse en batch.

Ensayo n° 10

15

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación por batch de un carbonato de sodio por reacción de la sosa con gas carbónico fresco procedente de la fermentación de un azúcar, y luego fabricación de un carbonato de calcio precipitado por reacción del carbonato de sosa formado según la invención con un cloruro de calcio.

20

Para ello, se disuelven en primer lugar 30 g de hidróxido de sodio para análisis vendido por Riedel-de Haën en 120 g de agua sin gas carbónico, y luego se introducen, en un recipiente de 2,5 litros, 500 g de azúcar doméstico refinado ($C_{12}H_{23}O_{11}$) que se disuelven en 2 litros de agua destilada a los cuales se añaden 21 g de levadura de pan fresca correspondiente a 7 g secos de levadura de pan con el fin de permitir la liberación de gas carbónico procedente de la fermentación del azúcar.

Este gas carbónico fresco que se crea y que se forma de forma continua durante 21 días por la fermentación del azúcar es entonces introducido en la solución de sosa durante estos 21 días a temperatura ambiente ($22^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$) hasta que el pH llegue a un valor incluido entre 8,0 y 8,5.

30

Esta introducción del gas carbónico fresco en la solución de sosa se efectúa mediante un recipiente de lavado con agua destilada que recoge el eventual etanol volatilizado.

Una parte de la solución del carbonato de sosa obtenido es entonces filtrada mediante un filtro de 0,45 μm para separar los componentes insolubles y obtener un filtrado que
5 es entonces secado a 140°C para obtener el carbonato de sodio según la invención.

En una segunda etapa, se mezcla a temperatura ambiente ($22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$), el carbonato de sosa según la invención con una cantidad estequiométrica de cloruro de calcio para obtener un carbonato de calcio precipitado cuyos insolubles son filtrados como
10 anteriormente y cuyo filtrado es secado a 140°C.

Ensayo n° 11

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a una mezcla seca de carbonato de calcio precipitado obtenido por la mezcla de un carbonato de calcio seco según la
15 invención (ensayo n° 4) con un carbonato de calcio seco del arte anterior (ensayo n° 2) en una relación ponderal 55/45.

Ensayo n° 12

20

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a una mezcla seca de carbonato de calcio precipitado obtenido por el secado de una mezcla de una suspensión de carbonato de calcio según la invención (ensayo n° 4) con una suspensión de carbonato de calcio del arte anterior (ensayo n° 2) en una relación ponderal 51/49.

25

Ejemplo 3

Este ejemplo ilustra el proceso según la invención de determinación del porcentaje de transformación nuclear de ^{14}C en ^{12}C de una formulación medicamentosa
30 principalmente constituida por carbonato de calcio.

Ensayo n° 13

71

Este ensayo, que ilustra el arte anterior, utiliza una formulación medicamentosa seca constituida por un polvo de carbonato de calcio natural triturado comercializado por la sociedad Omya SAS con el nombre de Omyapure™.

72

- 5 Para ello, se ponen 30 mg de la muestra a probar en una ampolla de 7 ml equipada con 2 reactores consecutivos de 14,7 ml a una presión de 250 mbar, que forman así 2 trampas consecutivas, siendo la última una trampa de nitrógeno líquido y la primera está refrigerada a una temperatura de 20°C a 30°C por encima del segundo con el fin de evitar cualquier contaminación por otros compuestos volátiles procedentes de la
- 10 muestra.

Se vierte luego en esta ampolla, aproximadamente 0,4 ml de ácido clorhídrico que van a reaccionar con la formulación medicamentosa y liberar gas carbónico que va a ser retenido en las trampas sucesivas.

15

El gas carbónico así retenido, es reducido posteriormente mediante hidrogenación sobre catalizador de polvo de cobalto en átomos de carbono elemental ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ / ^{14}C).

- Se determina entonces la composición en isótopo $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ y $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ del grafito así
- 20 obtenido así como la del ^{14}C comparada a un estándar internacional de referencia por la técnica de espectrometría aceleradora de masa denominada técnica "AMS" para "Accelerator Mass Spectrometry" mediante un espectrofotómetro habitualmente utilizado por el profesional.

- 25 El porcentaje de transformación nuclear por hora y por gramo de la materia mineral sintética a analizar es entonces determinado por la relación entre el valor en ^{14}C medido y el valor del estándar de referencia reconocido internacionalmente y referenciado en los métodos de datación por ^{14}C .

30 Ensayo n° 14

72

23

Este ensayo, que ilustra la invención, utiliza, con el mismo modo operatorio y el mismo material que el ensayo anterior, una formulación medicamentosa seca constituida por un carbonato de calcio según el ensayo n° 4.

5 Ejemplo 4

Este ejemplo ilustra el uso de las materias minerales según la invención en el ámbito papelerero así como el proceso según la invención de determinación del porcentaje de transformación nuclear de ^{14}C en ^{12}C de una formulación en el ámbito papelerero, y más en particular en el ámbito de la tinta "offset".

10

Ensayo n° 15

Este ensayo ilustra el arte anterior y utiliza, en una aplicación de tinta "offset", el carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 1.

15

Para ello, mediante un molino de disco vibrante de tipo HSM 100-H comercializado por la sociedad Herzog equipado con una cámara de molienda de carburo de tungsteno de un diámetro interior de 95 mm llenado con un cuerpo molidor de 60 mm de diámetro, se muele en seco 20 g del carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 1 hasta una

20 finura cuyas características granulométricas determinadas por medición mediante un granulómetro Sedigraph™ 5100 de Micromeritics™ sean:

- un diámetro medio de aproximadamente 1,8 μm ,
- 91,9 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 5 μm ,
- 25 - 56,8 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 2 μm ,
- 25,9 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 1 μm ,
- 9,7 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 0,5 μm ,
- 4,0 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 0,2 μm .

30 Luego gracias a un mortero equipado con un "pistilo", se añaden y dispersan estos 20 g de carbonato de calcio precipitado molido en 200 g de una tinta "offset" comercializada por la sociedad Schaffner GF AG (Suiza) con el nombre de Skinex Cyan 4X800.

73

La composición entonces realizada se utiliza para imprimir un papel tipo IKONOFIX™, 150 g/m², de M-Real™ Zanders GmbH, Bergisch-Glattbach (Alemania) mediante una máquina de impresión "offset" de laboratorio comercializada por la sociedad SeGan (Gran Bretaña) con el nombre de Ink/Superficie Interaction Tester. 74

5

Este test denominado test de imprimabilidad ISIT (Ink Superficie Interaction Test), que representa la fuerza de desprendimiento de tinta en función del tiempo, es una curva en tres fases: una fase ascendente con una cierta pendiente de subida, un valor máximo, luego una fase descendente con una cierta pendiente de bajada, y es basada en una
10 instalación de impresión equipada con un dispositivo de creación y de medición de la fuerza necesaria para separar un disco de desprendimiento, de una película de tinta de impresión. Esta instalación constituida por una parte por este dispositivo de creación y de medición de fuerza y por otra parte por un disco entintador girando por encima de la hoja de papel a probar es comercializada con el nombre "Ink Superficie Interaction
15 Tester" por la sociedad SeGan Ltd.

Para ello, se preparan en primer lugar las diferentes hojas de papel a probar aplicando las diferentes salsas de estucado a probar sobre estas hojas de papel mediante la estucadora de laboratorio Erichsen™ Modelo 624 de la sociedad Erichsen™ GmbH +
20 Co. KG (Alemania) equipadas de hojas rodantes intercambiables.

El papel así estucado tiene un valor determinado en g/m². Es fijado sobre un rodillo equipado con una cinta adhesiva de doble cara. La aplicación de una tinta offset es efectuada por la puesta en contacto del disco entintador de una anchura de 25 mm
25 durante una rotación de 180°. La velocidad y la presión de impresión son ajustables y son del orden de 0,5 m/s y 50 kg respectivamente. El volumen de tinta es en las condiciones estándar de 0,3 cm³, lo que corresponde a un espesor de aproximadamente 1 g/m² de tinta sobre la hoja de papel a probar.

30 El proceso de impresión es seguido por una secuencia de mediciones repetidas de la fuerza de desprendimiento, a intervalos de tiempo preseleccionados que dependen de este tiempo requerido para separar este disco de desprendimiento (de igual dimensión que el disco de impresión) de la película de tinta.

74

25

Un revestimiento de caucho nitrilo de calidad impresión offset es utilizado habitualmente para el disco de desprendimiento pero se puede utilizar cualquier material equivalente.

5

La fuerza de contacto entre el disco de desprendimiento y la tinta es medida con un sistema que genera una fuerza electromagnética. Se ajusta la amplitud y la duración de la fuerza de desprendimiento para conseguir una adhesión uniforme entre la superficie de la película y el disco de desprendimiento al cabo de 3 segundos. Una pequeña
10 rotación de la hoja de papel durante la aplicación de la fuerza electromagnética permite asegurar un contacto íntimo y una continuidad de la película de tinta. Al parar la fuerza magnética, el disco de desprendimiento se retracta de la película impresa por la fuerza de un muelle tenso, fuerza suficiente para separar el disco de la película de tinta. Una galga de esfuerzo, fijada entre el disco de desprendimiento y el muelle, genera una señal
15 que es registrada como la fuerza de desprendimiento.

La secuencia es automáticamente repetida durante 13 ciclos.

20 En el primer y decimotercero ciclo, las densidades de impresión están medidas mediante un densitómetro Gretag D 186.

Una vez efectuada esta medición, se procede a la determinación del porcentaje de transformación nuclear de ^{14}C en ^{12}C de la muestra de papel así impreso instalando 150
25 mg de la muestra de papel impreso cargado al 20 % en una ampolla de 7 ml equipada con 2 reactores consecutivos de 14,7 ml a una presión de 250 mbar, que forman así 2 trampas consecutivas, siendo la última una trampa de nitrógeno líquido y la primera está refrigerada a una temperatura de 20 a 30°C por encima del segundo con el fin de evitar cualquier contaminación por otros compuestos volátiles procedentes de la muestra.

30

Se vierte luego en esta ampolla, aproximadamente 0,4 ml de ácido clorhídrico que van a reaccionar con la hoja de papel impreso y liberar gas carbónico que va a ser retenido en las trampas sucesivas.

25

76

El gas carbónico así retenido, es reducido posteriormente mediante hidrogenación sobre catalizador de polvo de cobalto, en átomo de carbono elemental ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}/^{14}\text{C}$).

- 5 Se determina entonces la composición en isótopo $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ y $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ del grafito así obtenido así como la del ^{14}C comparada a un estándar internacional de referencia por la técnica de espectrometría aceleradora de masa denominada técnica "AMS" para "Accelerator Mass Spectrometry" mediante un espectrofotómetro habitualmente utilizado por el profesional.

10

El porcentaje de transformación nuclear por hora y por gramo de la materia mineral sintética a analizar es entonces determinado por la relación entre el valor en ^{14}C medido y el valor del estándar de referencia reconocido internacionalmente y referenciado en los métodos de datación por ^{14}C .

15

Ensayo n° 16

Este ensayo ilustra la invención y utiliza, en una aplicación de tinta "offset", el carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 4.

20

- Para ello, mediante un molino de disco vibrante de tipo HSM 100-H comercializado por la sociedad Herzog equipado con una cámara de molienda de carburo de tungsteno de un diámetro interior de 95 mm llenado con un cuerpo molidor de 60 mm de diámetro, se muele en seco 20 g del carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 4 hasta una
- 25 finura cuyas características granulométricas determinadas por medición mediante un granulómetro Sedigraph™ 5100 de Micromeritics™ sean:

- un diámetro medio de aproximadamente 1,7 μm ,
- 93,2 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 5 μm ,
- 30 - 58,5 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 2 μm ,
- 26,8 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 1 μm ,
- 10,1 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 0,5 μm ,
- 4,2 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 0,2 μm .

76

77

Luego gracias a un mortero equipado con un "pistilo", se añaden y dispersan estos 20 g de carbonato de calcio precipitado molido en 200 g de una tinta "offset" comercializada por la sociedad Schaffner GF AG (Suiza) con el nombre de Skinex Cyan 4X800.

5

La composición entonces realizada se utiliza para imprimir un papel tipo IKONOFIX™, 150 g/m², de M-Real™ Zanders GmbH, Bergisch-Glatbach (Alemania) mediante una máquina de impresión "offset" de laboratorio comercializada por la sociedad SeGan™ (Gran Bretaña) con el nombre de Ink/Superficie Interaction Tester,

10 en las mismas condiciones que las del ensayo anterior.

Los resultados obtenidos aparecen en la curva 1 que representa la fuerza de desprendimiento de la tinta en función del tiempo. Esta curva se representa en el dibujo n° 3.

15 La curva 1 permite constatar que la impresión offset de la tinta, cargada con el carbonato de calcio según la invención del ensayo n° 16 (producto B de la curva 1) es idéntica a la impresión offset de la tinta, cargada con el carbonato de calcio según el arte anterior del ensayo n° 15 (producto A de la curva 1).

20 Ejemplo 5

Este ejemplo ilustra el uso de las materias minerales según la invención en el ámbito de las materias plásticas polímeros, y en particular su uso para la preparación de composiciones termoplásticas cargadas tales como en particular las composiciones de
25 cloruro de polivinilo (PVC) cargadas.

Ensayo n° 17

Este ensayo ilustra el arte anterior y utiliza el carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 1.

30

La composición PVC cargada es producida mezclando la resina PVC no cargada y el carbonato de calcio a dispersar en un triturador tipo Colling™ equipado con dos

77

rodillos de diámetro igual a 150 mm y de longitud igual a 400 mm de tal modo que se obtiene un contenido en pigmento de aproximadamente el 20 % en peso.

76

En todos los ensayos del ejemplo, la formulación de la composición de PVC cargada es la siguiente:

- | | |
|-----------------------------|------------|
| - Corvic™ S 704 | 100 partes |
| - DIDP (diisodecil ftalato) | 55 partes |
| - Bäropan E-292 | 4 partes |
| - Carbonato a dispersar | 40 partes |

10

El contenido exacto en carbonato de calcio igual al 19,7 % en peso ha sido determinado por calcinación durante 2 horas a 650°C.

Ensayo n° 18

15

Este ensayo ilustra la invención y utiliza el carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 4 utilizando el mismo modo operatorio y el mismo material que el ensayo anterior.

El contenido exacto en carbonato de calcio igual al 19,5 % en peso ha sido determinado por calcinación durante 2 horas a 650°C.

Ensayo n° 19

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una mezcla del 50 % en peso de carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 4 y 50 % en peso de carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 5 utilizando como estucado un soporte en polipropileno.

5 g de carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 4 y 5 g de carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 5 fueron mezclados y dispersados en 40 g de agua con 0,1 % en masa con respecto al peso seco de las cargas de un poliacrilato de sosa (de peso molecular Mw igual a 3500 Daltones, y de índice de polidispersidad igual a 2.7) como dispersante. 2 g de un látex del tipo Acronal™ S 360 D, BASF™ (50 % en masa de producto activo), fueron utilizados como ligante.

78

79

Diversas cantidades por m^2 de esta salsa de estucado fueron estucadas sobre una película de polipropileno, blanco, semitransparente, de tipo Synteape™, Fischer Papier™, St. Gallen-Rotkreuz (Suiza). La blancura y la opacidad fueron determinadas.

5

La opacidad se mide según la norma DIN 53146 utilizando un espectrofotómetro Elrepho 2000 de Datacolor™ AG (Suiza).

La blancura denominada blancura Tappi R 457 es determinada según la norma TAPPI T452 ISO 247.

Los resultados aparecen en el cuadro 2.

Peso de capa (g/m^2)	Opacidad bruta	Opacidad neta	Blancura TAPPI R 457 bruta	Blancura TAPPI R 457 neta
0	87,79	0	89,44	0
1,69	87,97	0,18	91,05	1,61
4,16	88,96	1,17	91,16	1,72
8,4	90,16	1,37	91,37	1,93
15,25	90,87	3,08	91,53	2,09
19,8	91,97	4,18	91,81	2,37
23,22	92,42	4,63	91,97	2,53

15

Cuadro 2: peso de capa y valores de las opacidades y de las blancuras TAPPI R 457 medidas respectivamente según las normas DIN 53146 y TAPPI T452 ISO 247

20 Los valores netos determinados con un peso de capa determinado corresponden a la diferencia entre el valor bruto medido para este peso de capa y el valor bruto medido con un peso de capa igual a $0 \text{ g}/\text{m}^2$.

Estos resultados demuestran que se consigue 1,5 puntos más en blancura con un peso de
25 capa igual a $1.7 \text{ g}/\text{m}^2$.

79

80

Se consigue 1,5 puntos más en blancura y en opacidad con un peso de capa igual a 4 g/m².

Con un peso de capa de 20 g/m² se consiguen 4 puntos más en opacidad.

5

Ensayo n° 20

A partir del carbonato de calcio del ensayo n°10, se realiza una suspensión de dicho carbonato en el agua con un contenido del 10 % en peso de materia seca y eso, en presencia del 1 % en peso de poliacrilato de sosa con respecto al peso seco de carbonato de calcio como dispersante. Después de 5 minutos de agitación mecánica se ha calentado la suspensión a 65°C bajo agitación e introducido 25 % en masa de ácido fosfórico con respecto al peso seco de carbonato de calcio. El ácido fosfórico ha sido dosificado durante 20 min en forma de solución del 10 % activo. La temperatura durante la reacción era igual a 65°C ± 5°C. Después de la dosificación, la reacción ha continuado durante 5 horas. El pH final medido a 23°C era igual a 7.6.

Las estructuras microscópicas de los productos obtenidos antes y después del tratamiento con ácido fosfórico fueron fotografiadas mediante un microscopio electrónico, y aparecen respectivamente en los dibujos n° 4 y n° 5.

El producto finalmente obtenido presenta una superficie específica BET igual a 52 m² / g.

Esta medición de superficie específica BET es determinada según el método BET de la norma ISO 9277 a saber que la medición se efectúa bajo refrigeración con nitrógeno líquido y bajo corriente de nitrógeno sobre la muestra secada hasta peso constante y termoeestado a 250°C durante una hora bajo atmósfera de nitrógeno.

Por último, se han determinado los porcentajes de transformación nuclear de ¹⁴C en ¹²C para cada una de las materias minerales de los ejemplos anteriores.

30

Para ello, se utiliza el mismo método y el mismo material que los utilizados en el ejemplo 3, excepto uno de los dos ensayos comparativos relativo al papel de UPM™ Schongau, para el cual hay una sola trampa, la trampa de nitrógeno líquido.

80

Cuadro n° 2

Arte anterior / Invención	Ensayo n°	Porcentaje de transformación nuclear por hora y por gramo de materia mineral
Arte anterior	1	33 ± 1
Arte anterior	2	25 ± 1
Arte anterior	3	28 ± 1
Arte anterior	Comparativo: PCC Socal™ P2 Solvay™	15 ± 1
Arte anterior	Comparativo: PCC tipo A de Schaefer™	8.5 ± 1
Arte anterior	Comparativo: PCC Syncarb™ F0474-GO de Unikristall™	27.5 ± 1
Arte anterior	Comparativo papel UPM™ Schongau	$431 \pm 4 *$ $436 \pm 4 **$
Invención	4	866 ± 5
Invención	5	869 ± 5
Invención	6	879 ± 5
Invención	10: Carbonato de Na	885 ± 5
Invención	10: Carbonato de Ca	885 ± 5
Invención	11	476 ± 5
Invención	12	454 ± 5
Arte anterior	13	33 ± 1
Invención	14	866 ± 5

* con un método con una sola trampa de nitrógeno líquido

** con un método que utiliza las dos trampas



Ejemplo 6

Ensayo 21

- 5 Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación en continuo de un carbonato de calcio precipitado por reacción de la cal con gas carbónico fresco, dicho gas que es resultante de la decomposición de fuente de carbono orgánica bajo condición supercrítica.
- 10 Además, esta ensayo ilustra la utilización de uno o varios tratamientos químico y/o físico, en la fabricación de carbonato de calcio precipitado según la invención.

Para ello, se prepara una suspensión acuosa teniendo una concentración igual al 15% en peso seco de cal, agitada por medio de un agitador mecánico.

15

Esta suspensión se bombeó a 238 kg/h continuamente, pasando dos intercambiadores de calor en una primera parte del reactor del tubo, con un diámetro de 10 a 12 mm. y una segunda parte del reactor del tubo con un diámetro de 6 a 8 mm..

- 20 En la primera parte del reactor, se utilizó un caudal de 29.0 kg/h de oxígeno. En la segunda parte de reactor se utilizó un caudal de 11.0 kg/h de oxígeno y las 12.4 kg/h de aceite de colza, como fuente de carbono orgánico fresco.

- El reactor aplicado para la prueba es comercializado por la sociedad "Supercritical Fluid
25 Technology Sweden AB" (Karlskoga, Suecia).

Después de la fase supercrítica y de enfriamiento, 500 ppm activo de ácido formamidinesulfínico (CASO 1758-73-2), en suspensión acuosa a del 10%, con relación al carbonato de calcio fueron introducidos en el producto a 90°C.

30

Parámetros del procedimiento:

Caudal de alimentación de suspensión $\text{Ca}(\text{OH})_2$: 238 kg/h

Temperatura/presión en el recipiente de alimentación : 20°C/1 bar

83

84

- Temperatura/presión en los intercambiadores de calor : 255-367°C/237 bares
Temperatura/presión en la primera parte del reactor : 473-569°C/235 bares
Temperatura/presión en la segunda parte del reactor : 534-567°C/231 bares
Temperatura/presión en los intercambiadores de calor : 364-380°C/229 bares
5 Temperatura/presión en salida de los intercambiadores de calor 1 : 271°C/229
bares Temperatura/presión en salida de los intercambiadores de calor 2 : 59°C/226
bares

- La Solicitante indica que el dispositivo dispone en realidad de 2 intercambiadores de
10 calor, tenidos en cuenta 1 y 2.

- El producto se enfrió a continuación a 16°C y la presión reducida a presión atmosférica.
Obtenido el producto, recuperado en un depósito final, es un carbonato de calcio
precipitado según la invención, cuyo tipo de transformación nuclear de carbono ^{14}C en
15 ^{12}C es superior a 850 transformaciones por hora y por gramo.

- Se seca una parte de este producto a continuación a 120°C con el fin de analizarse. El
carbonato de calcio precipitado obtenido es de estructura calcita pura, después de
análisis infrarrojo y XRD.

20

El dibujo n°6 corresponde a una fotografía tomada por microscopio electrónico a
barrido del producto obtenido.

- Se trató una segunda parte de muestra en forma de suspensión acuosa con un imán
25 magnético permanente cubierto con Teflon.

Después de 5 minutos de tratamiento por separación magnética, el imán estaba cubierto
con impurezas magnéticas y/o paramagnéticas negras y coloradas, visibles a la
superficie.

- 30 El dibujo n°7 corresponde a una fotografía tomada por microscopio electrónico a
barrido del imán después de los 5 minutos de tratamiento.

84

86

REIVINDICACIONES

- 5 1- Materia mineral sintética que contiene carbonato caracterizada en que tiene un porcentaje de transformación nuclear en carbono de ^{14}C en ^{12}C de al menos 450 transformaciones por hora y por gramo, preferentemente incluido entre 700 y 890 transformaciones por hora y por gramo, y muy preferentemente entre 850 y 890 transformaciones por hora y por gramo.
- 10 2- Materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 1, caracterizada en que el carbonato es elegido entre los carbonatos de cationes monovalentes y / o bivalentes y / o trivalentes o sus mezclas.
- 15 3- Materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 2, caracterizada en que dichos cationes monovalentes y / o bivalentes y / o trivalentes son elegidos entre los cationes del primer o segundo o tercer grupo principal de la tabla periódica de Mendeleiev.
- 20 4- Materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 3, caracterizada en que dichos cationes son elegidos entre el litio, el sodio, el potasio, el magnesio, el calcio, el estroncio o sus mezclas.
- 25 5- Materia mineral sintética que contiene carbonato según cualquier reivindicación de 1 a 4, caracterizada en que el carbonato es un carbonato de calcio que tiene una estructura cristalina de tipo calcita o aragonita o vaterita o en que el carbonato es una mezcla de un carbonato de calcio de estructura de tipo cálcico con un carbonato de calcio de estructura de tipo aragonita y / o un carbonato de calcio de estructura de tipo vaterita, y más preferentemente en que ésta es una mezcla de carbonato de calcio de estructura de tipo calcita y de estructura de tipo aragonita.
- 30 6- Materia mineral sintética que contiene carbonato según una de las reivindicaciones de 1 a 5, caracterizada en que el carbonato tiene un grado de blancura superior al 80

86

48

%, preferentemente superior al 90 %, y muy preferentemente superior al 93 % TAPPI determinado según la norma TAPPI T452 ISO 2470.

- 5 7- Materia mineral sintética que contiene carbonato según cualquier reivindicación de 1 a 6, caracterizada en que es una mezcla y / o una coestructura con otras materias minerales elegidas entre los sílices naturales y / o sintéticos, los silicatos tales como la arcilla, el talco, la mica, o incluso elegidas entre los hidróxidos de aluminio, los sulfatos, los blancos satenes, los fosfatos como las brushitas, los octacalcio fosfatos o las hidroxiapatitas, o sus mezclas.
- 10 8- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato caracterizado en que utiliza gas carbónico procedente de la fermentación aeróbica o anaeróbica y preferentemente anaeróbica.
- 15 9- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato caracterizado en que utiliza una mezcla del gas carbónico procedente de la fermentación aeróbica o anaeróbica, con gas carbónico de otra fuente, preferentemente viejo, muy preferentemente de una descomposición térmica de carbonato de calcio.
- 20 10-Proceso de fabricación de materia mineral sintética según la reivindicación 9, caracterizado en que la mezcla utiliza menos del 50 % en peso de gas carbónico viejo.
- 25 11-Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según una de las reivindicaciones 8 a 10, caracterizado en que el gas carbónico fresco procede de la fermentación de azúcares o de la combustión de alcohol, en particular de etanol, de metanol, o de los alcanos como el metano, el etano, o cualquier otro alcano, procedente de la fermentación de compuestos orgánicos como frutas,
- 30 alcoholes de fruta o incluso residuos de los vertederos públicos.
- 12-Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según una de las reivindicaciones 8 a 10, caracterizado en que el gas carbónico fresco es

No definido

No definido

72

ff

una mezcla de gas carbónico fresco procedente de la fermentación de azúcares con gas carbónico fresco procedente de la combustión de compuestos orgánicos, o en que procede de la fermentación de los residuos de los vertederos bajo presión supercrítica.

5

13- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato, caracterizado en que el uso del gas carbónico fresco resultante de la decomposición térmica o de la degradación por oxidación de los residuos de los vertederos bajo presión supercrítica.

f

10

14- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según una de las reivindicaciones 8 a 13, caracterizado en que el uso del gas carbónico se efectúa a una temperatura incluida entre 5°C y 100°C, preferentemente entre 20°C y 30°C.

15

15- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según una cualquier reivindicación de 8 a 14, caracterizado en que es un proceso en batch, en cascadas incluso denominado continuo o en mezcla continua-batch.

20

16- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 15, caracterizado en que es un proceso en continuo, preferentemente con una o varias etapas de tratamiento químico como un tratamiento con silicato de sodio o un tratamiento con silicato de sodio seguido por la introducción de un ácido, como el ácido cítrico, o el ácido fosfórico u otros donantes de H_3O^+ , interviniendo los tratamientos químicos muy preferentemente en continuo después del tratamiento de ácido carbónico.

25

17- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 15, caracterizado en que el proceso en batch es un proceso en el cual la reacción se produce en una sola cuba donde se introducen todos los reactivos.

30

18- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 15, caracterizado en que el proceso en continuo es un proceso en el

f 8

89

cual el gas carbónico fresco utilizado o la mezcla de gas carbónico fresco con el gas carbónico viejo utilizado es introducido en una cascada de n reactores instalados en serie y / o en paralelo, designando n un número incluido entre 1 y 50, preferentemente entre 1 y 10, y muy preferentemente entre 1 y 5.

5

- 19- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 15, caracterizado en que el proceso en mezcla continua-batch es un proceso de síntesis en continuo seguido por un número m de etapas en batch, siendo dichas etapas la introducción de gas carbónico en el almacenamiento o una etapa de tratamiento físico o una etapa de tratamiento químico tal como un tratamiento con silicato de sodio seguido por la introducción de un ácido tal como el ácido cítrico o el ácido fosfórico, u o etapas correspondiente a la introducción de un dispersante, designando m un número incluido entre 1 y 5, y preferentemente entre 1 y 2, y designando o un número incluido entre 0 y 3, preferentemente entre 0 y 1.

15

- 20- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según una de las reivindicaciones 8 a 19, caracterizado en que dicho proceso incluye eventualmente al menos una etapa de dispersión y / o al menos una etapa de molienda, eventualmente en presencia de al menos un agente dispersante y / o de al menos un agente de ayuda a la molienda.

20

- 21- Uso de las materias minerales según cualquier reivindicación de 1 a 7 en el ámbito farmacéutico con productos como los fármacos, el ámbito de la alimentación humana o animal, o incluso el ámbito papelerero tal como la fabricación del papel, la masa y / o el estucado sobre un soporte papel o plástico o incluso cualquier otro tratamiento de superficie del papel y / o del plástico, siendo el plástico preferentemente elegido entre las poliolefinas del tipo polietileno o polipropileno y sus derivados, así como los ámbitos de las pinturas acuosas o no acuosas así como el ámbito de las materias plásticas o incluso el ámbito de las tintas de impresión.

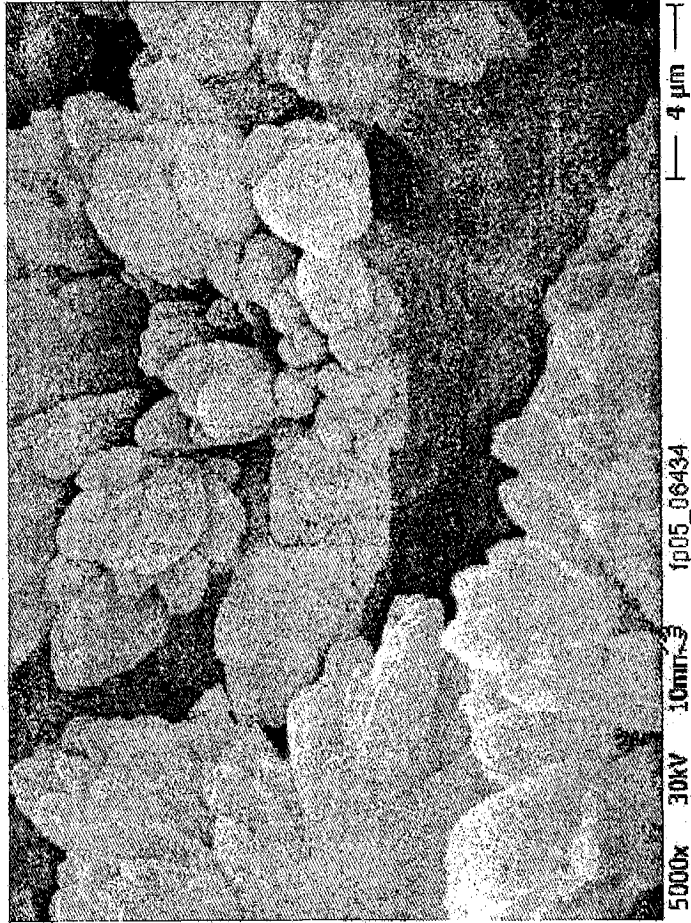
25

JP

89

94

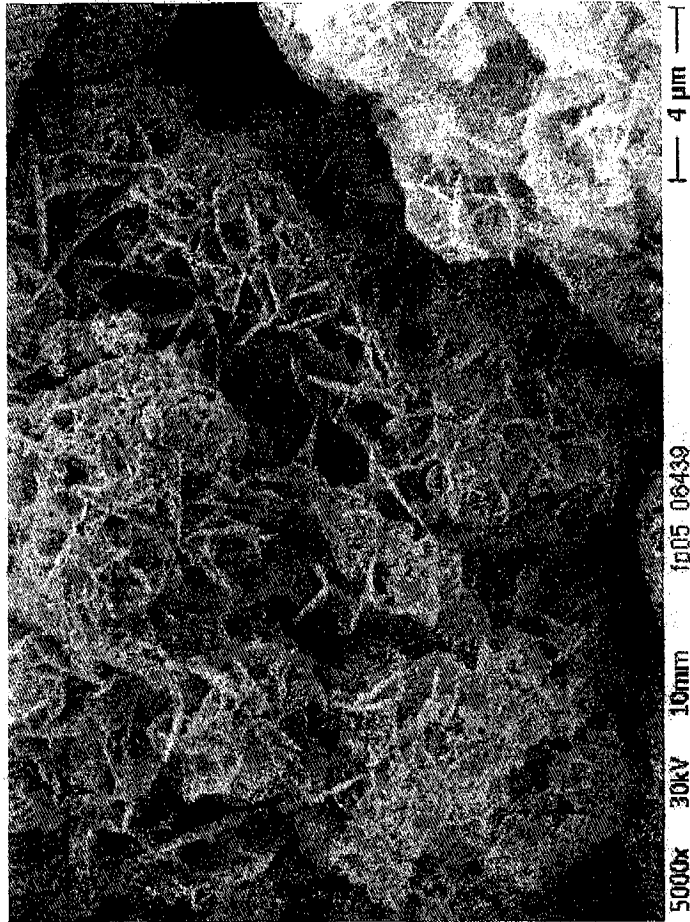
DIBUJO N° 4



94

95

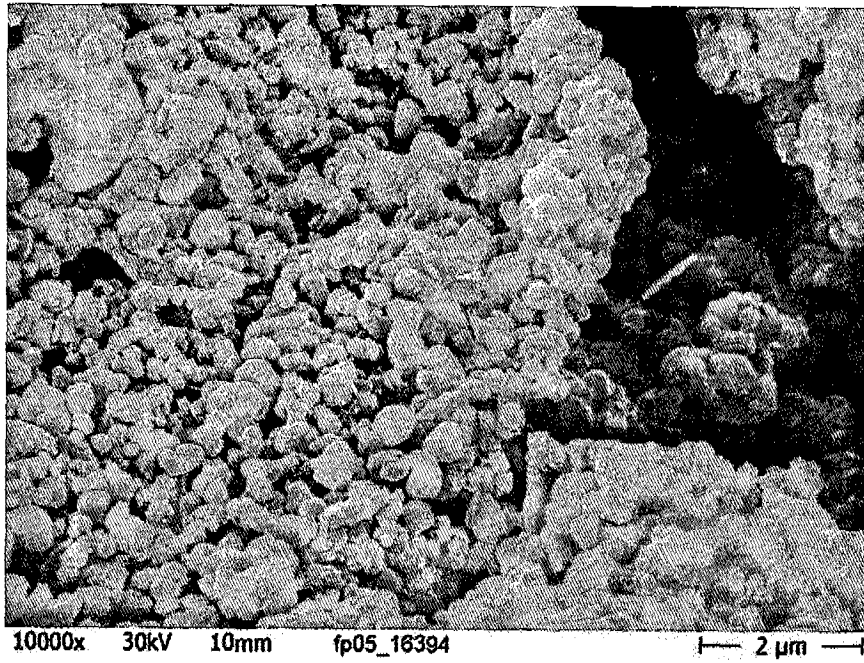
DIBUJO Nº 5



95

DIBUJO N° 6

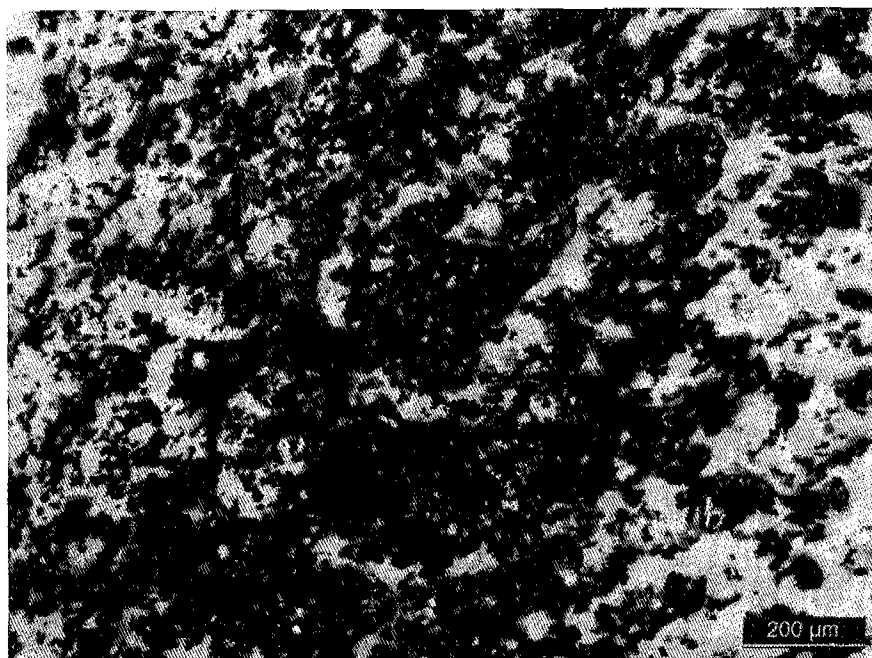
96



96

DIBUJO N° 7

a7



a7

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

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



98

(43) Date de la publication internationale
23 novembre 2006 (23.11.2006)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2006/123235 A1

(51) Classification internationale des brevets :

C01B 31/24 (2006.01) C08K 3/26 (2006.01)
C01F 11/18 (2006.01) D21H 19/38 (2006.01)
C09D 11/00 (2006.01) A61K 33/10 (2006.01)
C09D 7/12 (2006.01) A23L 1/03 (2006.01)

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : 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, MY, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/IB2006/001321

(22) Date de dépôt international : 11 mai 2006 (11.05.2006)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :

05/05053 20 mai 2005 (20.05.2005) FR
05/11921 25 novembre 2005 (25.11.2005) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : OMYA
DEVELOPMENT AG [CH/CH]; 42 Baslerstrasse,
CH-4665 Oftringen (CH).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : BURI,
Matthias [CH/CH]; Mätteliweg 20, CH-4852 Rothrist
(CH). GLIESE, Thoralf [DE/CH]; Feldheimstrasse 6,
CH-6033 Buchrain (CH).

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

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, 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).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale
— avec revendications modifiées

Date de publication des revendications modifiées:

15 mars 2007

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

(54) Title: MINERAL MATERIALS CONTAINING CARBONATE WITH REDUCED EMISSION OF COMBUSTIBLE FOSSIL CARBONACEOUS GAS ON DECOMPOSITION THEREOF AND METHOD FOR PRODUCTION AND USE THEREOF

(54) Titre : MATIERES MINERALES CONTENANT DU CARBONATE A EMISSION EN GAZ CARBONIQUE COMBUSTIBLE FOSSILE REDUITE LORS DE LEURS DECOMPOSITIONS AINSI QUE LEUR PROCEDE DE SYNTHÈSE ET LEURS UTILISATIONS

(57) Abstract: The invention relates to a novel synthetic mineral material containing carbonate the decomposition of which reduces the level of emission of combustible fossil carbonaceous fuel. The invention further relates to batch, batch/continuous or continuous production thereof, and the uses thereof in pharmaceuticals, animal or human foodstuffs, or the paper industry, in particular for the production of paper, bulking, coating or any other paper surface treatment and aqueous or non-aqueous paints, plastic materials such as breathable polyethylene films or printing inks.

(57) Abrégé : L'invention une nouvelle matière minérale synthétique contenant du carbonate dont la décomposition réduit le taux d'émission de gaz carbonique combustible fossile. Elle concerne également sa fabrication en batch, en batch-continu ou en continu ainsi que ses utilisations dans le domaine pharmaceutique, le domaine de l'alimentation humaine ou animale, ou encore le domaine papetier avec notamment la fabrication du papier, la masse ou le couchage ou encore tout autre traitement de surface du papier ainsi que les domaines des peintures aqueuses ou non aqueuses ainsi que le domaine des matières plastiques tels que celui des films de polyéthylène respirables ou encore le domaine des encres d'impression.

WO 2006/123235 A1

98

REVENDEICATIONS MODIFIEES
Reçues par le Bureau International le 27 novembre 2006

99

REVENDEICATIONS

- 1- Matière minérale synthétique contenant du carbonate caractérisée en ce qu'elle a un
taux de transformation nucléaire en carbone de ^{14}C en ^{12}C compris entre 450 et 890
5 transformations par heure et par gramme, préférentiellement compris entre 700 et 890
transformations par heure et par gramme, très préférentiellement entre 850 et 890
transformations par heure et par gramme.
- 10 2- Matière minérale synthétique contenant du carbonate selon la revendication 1,
caractérisée en ce que le carbonate est choisi parmi les carbonates de cations
monovalents et / ou bivalents et / ou trivalents ou leurs mélanges.
- 3- Matière minérale synthétique contenant du carbonate selon la revendication 2,
15 caractérisée en ce que lesdits cations monovalents et / ou bivalents et / ou trivalents sont
choisis parmi les cations du premier ou deuxième ou troisième groupe principal du
tableau périodique de Mendeleiev.
- 4- Matière minérale synthétique contenant du carbonate selon la revendication 3,
20 caractérisée en ce que lesdits cations sont choisis parmi le lithium, le sodium, le
potassium, le magnésium, le calcium, le strontium ou leurs mélanges.
- 5- Matière minérale synthétique contenant du carbonate selon l'une quelconque des
revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le carbonate est un carbonate de calcium
25 ayant une structure cristalline de type calcite ou aragonite ou vaterite ou en ce que le
carbonate est un mélange d'un carbonate de calcium de structure de type calcique avec
un carbonate de calcium de structure de type aragonite et / ou un carbonate de calcium
de structure de type vaterite, et plus préférentiellement en ce qu'elle est un mélange de
carbonate de calcium de structure de type calcite et de structure de type aragonite.
- 30 6- Matière minérale synthétique contenant du carbonate selon l'une des revendications
1 à 5, caractérisée en ce que le carbonate a un degré de blancheur supérieur à 80 %,

99

100

REIVINDICACIONES MODIFICADAS
Recibidas por la Oficina Internacional el 27 de Noviembre de 2006

REIVINDICACIONES

- 1- Materia mineral sintética que contiene carbonato caracterizada en que tiene un porcentaje de transformación nuclear en carbono de ^{14}C en ^{12}C incluido entre 450 y 890 transformaciones por hora y por gramo, preferentemente incluido entre 700 y 890 transformaciones por hora y por gramo, y muy preferentemente entre 850 y 890 transformaciones por hora y por gramo.
- 2- Materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 1, caracterizada en que el carbonato es elegido entre los carbonatos de cationes monovalentes y / o bivalentes y / o trivalentes o sus mezclas.
- 3- Materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 2, caracterizada en que dichos cationes monovalentes y / o bivalentes y / o trivalentes son elegidos entre los cationes del primer o segundo o tercer grupo principal de la tabla periódica de Mendeleiev.
- 4- Materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 3, caracterizada en que dichos cationes son elegidos entre el litio, el sodio, el potasio, el magnesio, el calcio, el estroncio o sus mezclas.
- 5- Materia mineral sintética que contiene carbonato según cualquier reivindicación de 1 a 4, caracterizada en que el carbonato es un carbonato de calcio que tiene una estructura cristalina de tipo calcita o aragonita o vaterita o en que el carbonato es una mezcla de un carbonato de calcio de estructura de tipo cálcico con un carbonato de calcio de estructura de tipo aragonita y / o un carbonato de calcio de estructura de tipo vaterita, y más preferentemente en que ésta es una mezcla de carbonato de calcio de estructura de tipo calcita y de estructura de tipo aragonita.
- 6- Materia mineral sintética que contiene carbonato según una de las reivindicaciones de 1 a 5, caracterizada en que el carbonato tiene un grado de blancura superior al 80 %, preferentemente superior al 90 %, y muy preferentemente superior al 93 % TAPPI determinado según la norma TAPPI T452 ISO 2470.

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/IB2006/001321

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

INV. C01B31/24 D21H19/38	C01F11/18 A61K33/10	C09D11/00 A23L1/03	C09D7/12 C08K3/26
-----------------------------	------------------------	-----------------------	----------------------

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

C01B C01F C09D C08K D21H A61K A23L

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	GB 2 143 810 A (* DUNCAN LAGNESE AND ASSOCIATES) 20 février 1985 (1985-02-20) page 1, ligne 39 - page 2, ligne 7 page 3, ligne 48 - ligne 54 page 4, ligne 5 - ligne 27 page 11, ligne 1 - ligne 19 -----	1-4, 7-15, 21
X	US 5 286 468 A (CHANG ET AL) 15 février 1994 (1994-02-15) colonne 4, ligne 17 - ligne 38 colonne 5, ligne 24 - ligne 30 colonne 8, ligne 34 - ligne 51 ----- -/--	1-4

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

14 septembre 2006

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

25/09/2006

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

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Marucci, Alessandra

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 200023 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class J01, AN 2000-264912 XP002355813 & JP 2000 070678 A (MITSUBISHI JUKOGYO KK) 7 mars 2000 (2000-03-07) abrégé	1-4
X	US 6 521 365 B1 (SONG SEOK MOK) 18 février 2003 (2003-02-18) colonne 3, ligne 23 - ligne 38 colonne 9, ligne 6 - ligne 13	1-4, 7-13,15, 21
A	US 5 865 898 A (HOLTZAPPLE ET AL) 2 février 1999 (1999-02-02) le document en entier	1-21

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/IB2006/001321

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
✓ GB 2143810	A	20-02-1985	DE 3422959 A1 FR 2548213 A1 NL 8401767 A	24-01-1985 04-01-1985 16-01-1985
✓ US 5286468	A	15-02-1994	CA 2061307 A1 KR 9702891 B1	22-08-1992 12-03-1997
JP 2000070678	A	07-03-2000	AUCUN	
✓ US 6521365	B1	18-02-2003	JP 3723061 B2 JP 2001096260 A KR 2000071895 A	07-12-2005 10-04-2001 05-12-2000
✓ US 5865898	A	02-02-1999	US 5693296 A	02-12-1997

(C) WPI / DERWENT

AN - 2000-264912 [23]

AP - JP19980244834 19980831

CPY - MITO

DC - J01 K06 K08

DR - 1778-P

FS - CPI

IC - B01D53/04 ; B01D59/26 ; G21F9/02 ; G21F9/32

MC - J01-X K06-C K08-X

PA - (MITO) MITSUBISHI JUKOGYO KK

PN - JP2000070678 A 20000307 DW200023 B01D59/26 017pp

PR - JP19980244834 19980831

XA - C2000-080807

XIC - B01D-053/04 ; B01D-059/26 ; G21F-009/02 ; G21F-009/32

AB - JP2000070678 NOVELTY - The method involves combusting graphite which contains C-14 isotope. Separation of the combustion gas is done to obtain isotopes of carbon dioxide. Isotopes such as C-12, C-13 and C-14 are separated from carbon compounds such as CO, carbon dioxide or CH₄ by solidification of the carbon compound by plasma treatment.

- DETAILED DESCRIPTION - The gas obtained by the combustion of graphite is isolated into a primary component containing O₂ and N₂ and a secondary component containing the isotopes of carbon dioxides such as 12-CO₂, 13-CO₂ and 14-CO₂. Hydrogen is added to the isotopes of CO₂ to form the isotopes of methane such as 12-CH₄, 13-CH₄ and 14-CH₄. The 14-CH₄ component is further separated from the 13-CH₄ and 12-CH₄ components. The hydrogen in the 14-CH₄ component is removed to give the C-14 isotope. In an alternative method, H₂ is added to the isotopes of CO₂ to form the isotopes of carbon monoxide such as 12-CO, 13-CO, 14-CO. The 14-CO component is separated from the 12-CO and 13-CO components. The separated 14-CO component is solidified by the plasma treatment. The graphite which contains the C-14 isotope is used as the reactor core material of a nuclear reactor of a nuclear power station. An INDEPENDENT CLAIM is also included for the graphite processing apparatus. The apparatus has a combustion furnace (11) to burn the graphite (10) containing C-14 isotope. A separator (17) separates the combustion gas into the primary and secondary components. The methanation unit (18) adds H₂ to the isotopes of CO₂ to form the isotopes of methane. An isotope separator (23) performs the separation of the 14-CH₄ component from the 12-CH₄ and 13-CH₄ component. A solidification unit (25) solidifies the 14-CH₄ component and separates it into C-14 isotope. A combustor (26) burns and ejects the 12-CH₄ and 13-CH₄ components outside the system. In an alternative embodiment, a converter adds hydrogen to the isotope of CO₂ and forms isotopes of CO. A CO divided by CO₂ separator separates CO isotopes from the unreacted CO₂ isotopes. The 14-CO component is separated from the 12-CO and 13-CO components. The carbon solidification unit solidifies the separated 14-CO to form C-14 isotope. The combustor burns and ejects 12-Co, 13-Co isotopes out of the system. The 14-CO₂ isotope is separated from the 13-CO₂ and 12-CO₂ isotopes either by the pressure swing adsorption method or by the super-cold separation unit. The carbon solidification unit blows the 14-CO₂ isotope into an aqueous solution containing calcined lime (CaO) or slaked lime (Ca(OH)₂) and solidifies as calcium carbonate (CaCO₃).
- USE - For recycling of used reactor core material of nuclear power stations consisting of graphite which contains C-14 isotope.
- ADVANTAGE - The C-14 isotope is separated from C-12 and C-13 isotopes at 99.99% efficiency. Solidification of the carbon compound is done to separate only the C-14 isotope. Since the C-14 isotope is removed from

TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS

Expéditeur : L'ADMINISTRATION CHARGÉE DE
LA RECHERCHE INTERNATIONALE

Destinataire :

voir le formulaire PCT/ISA/220

PCT

105

OPINION ÉCRITE DE L'ADMINISTRATION
CHARGÉE DE LA RECHERCHE
INTERNATIONALE

(règle 43bis.1 du PCT)

Date d'expédition

(jour/mois/année)

PCT/ISA/210 (deuxième feuille)

voir le formulaire

Référence du dossier du déposant ou du mandataire

voir le formulaire PCT/ISA/220

POUR SUITE À DONNER

Voir le point 2 ci-dessous

Demande internationale No.

PCT/IB2006/001321

Date du dépôt international (jour/mois/année)

11.05.2006

Date de priorité (jour/mois/année)

20.05.2005

Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB

INV. C01B31/24 C01F11/18 C09D11/00 C09D7/12 C08K3/26 D21H19/38 A61K33/10 A23L1/03

Déposant

OMYA DEVELOPMENT AG

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

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

2. SUITE À DONNER

Si une demande d'examen préliminaire internationale est présentée, la présente opinion sera considérée comme une opinion écrite de l'administration chargée de l'examen préliminaire international, sauf dans le cas où le déposant a choisi une administration différente de la présente administration aux fins de l'examen préliminaire international et que l'administration considérée a notifié au Bureau international, selon la règle 66.1bis.b), qu'elle n'entend pas considérer comme les siennes les opinions écrites de la présente administration chargée de la recherche internationale.

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

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

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

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



Office européen des brevets
D-80298 Munich
Tél. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d
Fax: +49 89 2399 - 4465

Date à laquelle la
présente opinion a été
établie

voir le formulaire
PCT/ISA/210

Fonctionnaire autorisé

Marucci, Alessandra

N° de téléphone +49 89 2399-7819



105

**OPINION ÉCRITE DE L'ADMINISTRATION
CHARGÉE DE LA RECHERCHE INTERNATIONALE**

Demande internationale n°
PCT/IB2006/001321

106

Cadre n° I Base de l'opinion

1. En ce qui concerne la **langue**, la présente opinion a été établie sur la base

- ☒ de la demande internationale dans la langue dans laquelle elle a été déposée
- ☐ d'une traduction de la demande internationale dans la langue suivante , qui est la langue d'une traduction remise aux fins de la recherche internationale (règles 12.3.a) et 23.1.b)).

2. En ce qui concerne **la ou les séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande internationale, le cas échéant, la recherche internationale a été effectuée sur la base des éléments suivants :

a. Nature de l'élément

- ☐ un listage de la ou des séquences
- ☐ un ou des tableaux relatifs au listage de la ou des séquences

b. Type de support

- ☐ sur papier
- ☐ sous forme électronique

c. Moment du dépôt ou de la remise

- ☐ contenu(s) dans la demande internationale telle que déposée
- ☐ déposé(s) avec la demande internationale, sous forme électronique
- ☐ remis ultérieurement à la présente administration aux fins de la recherche

3. ☐ De plus, lorsque plus d'une version ou d'une copie d'un listage des séquences ou d'un ou plusieurs tableaux y relatifs a été déposée, les déclarations requises selon lesquelles les informations fournies ultérieurement ou au titre de copies supplémentaires sont identiques à celles initialement fournies et ne vont pas au-delà de la divulgation faite dans la demande internationale telle que déposée initialement, selon le cas, ont été remises.

4. Commentaires complémentaires :

106

108

Concernant le point V

1 Il est fait référence aux documents suivants :

- D1: GB-A-2 143 810 (DUNCAN LAGNESE AND ASSOCIATES) 20 février 1985
- D2: US-A-5 286 468 (CHANG ET AL) 15 février 1994 (1994-02-15)
- D3: DATABASE WPI Section Ch, Week 200023 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class J01, AN 2000-264912 XP002355813 & JP 2000 070678 A (MITSUBISHI JUKOGYO KK) 7 mars 2000 (2000-03-07)
- D4: US-B1-6 521 365 (SONG SEOK MOK) 18 février 2003 (2003-02-18)

2 La présente demande ne remplit pas les conditions énoncées dans l'article 33(1) PCT, l'objet des revendications 1 et 8 n'étant pas conforme au critère de nouveauté défini par l'article 33(2) PCT.

2.1 Le document D1 décrit (voir les passages cités dans le rapport de recherche) un procédé de réduction des oxydes de soufre avec des matériaux organiques qui fermentent en formant CO₂. Le procédé entraîne la production de carbonates (page 3, lignes 48-54 et page 4, lignes 13-27). Les matériaux organiques utilisés sont des déchets des décharges (page 2, lignes 4-5, revendication 13) comme dans la présente demande.

Ce procédé anticipe, donc, l'objet de la **revendication 8**.

2.2 En outre, comme la matière définie par la revendication 1 est produite par le procédé de la revendication 8, il est plausible d'affirmer que l'objet de la **revendication 1** manque aussi de nouveauté.

2.3 Il est signalé à la Demanderesse que dans le cas où le produit de la revendication 1 ne serait pas produit par le procédé de la revendication 8, un manque d'unité serait présent dans la présente demande de brevet.

2.4 Il est aussi signalé à la Demanderesse que les contenus des documents D2 (colonne 4, lignes 17-38 et tableau 2) et D3 (abrégé) sont considérés comme pertinents pour la

108

109

détermination de la nouveauté de la revendication 1. Ces documents décrivent deux méthodes pour produire des carbonates riches en ^{14}C et, même si le taux de transformation nucléaire en carbone de ^{14}C en ^{12}C de ces matériaux n'est pas explicitement mentionné, il est plausible d'affirmer que, comme la concentration en ^{14}C est très haute (voir en particulier la Table 2 de D2), cette valeur doit être supérieure à celle revendiquée dans la revendication 1.

3 La présente demande ne remplit pas les conditions énoncées dans l'article 33(1) PCT, l'objet des revendications 9, 13, 21 n'impliquant pas une activité inventive telle que définie par l'article 33(3) PCT.

3.1 L'objet de la revendication 9 diffère du procédé décrit en D1 (voir point 2.1) en ce que le gaz carbonique issu de la fermentation aérobique ou anaérobique est mélangé avec du gaz carbonique d'une autre source.

Cette solution peut être considérée comme évidente pour l'homme du métier et elle manque d'activité inventive car la demande ne montre pas la présence d'un effet technique inattendu dérivant de l'utilisation de ce mélange de gaz carbonique.

L'objet de la **revendication 9** n'implique donc pas une activité inventive par rapport au procédé décrit en D1.

3.2 L'utilisation du matériel définit dans la revendication 1 pour les utilisations listées dans la **revendication 21** est évident et n'implique pas une activité inventive.

3.3 Le document D4 décrit un procédé pour produire du gaz carbonique par décomposition thermique ou dégradation par oxydation de déchets des décharges (colonne 3, lignes 23-40). Le gaz ainsi obtenu peut être utilisé pour produire des carbonates (colonne 9, lignes 6-13).

L'objet de la revendication 13 diffère de ce procédé connu en ce qu'il est effectué sous pression supercritique. Cependant, comme les exemples déposés ne montrent aucun avantage inattendu dérivant de l'utilisation de cette valeur de pression, l'objet de la **revendication 13** n'implique pas une activité inventive par rapport au procédé décrit en D4.

109

PCT

REQUÊTE

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

Réservé à l'office récepteur

Demande internationale n°

Date du dépôt international

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

Référence du dossier du déposant ou du mandataire (facultatif)
(12 caractères au maximum) **BR0146/PCT**

Cadre n° I TITRE DE L'INVENTION

Matières minérales contenant du carbonate à émission en gaz carbonique combustible fossile réduite lors de leurs décompositions ainsi que leur procédé de synthèse et leurs utilisations.

Cadre n° II DÉPOSANT

☐ Cette personne est aussi inventeur

Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.)

OMYA Development AG
42 Baslerstrasse,
4665 OFTRINGEN
SWITZERLAND

n° de téléphone

n° de télécopieur

n° de téléimprimeur

n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office

Nationalité (nom de l'État) :

CH

Domicile (nom de l'État) :

CH

Cette personne est déposant pour :

☐ tous les États désignés

☒ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique

☐ les États-Unis d'Amérique seulement

☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire

Cadre n° III AUTRE(S) DÉPOSANT(S) OU (AUTRE(S)) INVENTEUR(S)

Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.)

BURI Matthias
Mätteliweg 20
ROTHRIST - 4852
SWITZERLAND

Cette personne est :

☐ déposant seulement

☒ déposant et inventeur

☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)

n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office

Nationalité (nom de l'État) :

CH

Domicile (nom de l'État) :

CH

Cette personne est déposant pour :

☐ tous les États désignés

☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique

☒ les États-Unis d'Amérique seulement

☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire

☒ D'autres déposants ou inventeurs sont indiqués sur une feuille annexe.

Cadre n° IV MANDATAIRE OU REPRÉSENTANT COMMUN; OU ADRESSE POUR LA CORRESPONDANCE

La personne dont l'identité est donnée ci-dessous est/ a été désignée pour agir au nom du ou des déposants auprès des autorités internationales compétentes, comme:

☒ mandataire

☐ représentant commun

Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays.)

HESSANT Eric
chez COATEX S.A.S.
35 Rue Ampère
Z.I. Lyon Nord
69730 GENAY
FRANCE

n° de téléphone

+33 (0)4-72-08-20-44

n° de télécopieur

+33 (0)4-72-08-20-32

n° de téléimprimeur

n° sous lequel le mandataire est inscrit auprès de l'office

☐ Adresse pour la correspondance : cocher cette case lorsque aucun mandataire ni représentant commun n'est/n'a été désigné et que l'espace ci-dessus est utilisé pour indiquer une adresse spéciale à laquelle la correspondance doit être envoyée.

Suite du cadre n° III AUTRE(S) DÉPOSANT(S) OU (AUTRE(S)) INVENTEUR(S)

Si aucun des sous-cadres suivants n'est utilisé, cette feuille ne doit pas être incluse dans la requête.

Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.)

GLIESE Thoralf
Feldheimstrasse 6
BUCHRAIN - 6033
SWITZERLAND

Cette personne est :

- ☐ déposant seulement
☒ déposant et inventeur
☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)

n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office

Nationalité (nom de l'État) :

DE

Domicile (nom de l'État) :

CH

Cette personne est déposant pour :

- ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☒ les États-Unis d'Amérique seulement ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire

Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.)

Cette personne est :

- ☐ déposant seulement
☐ déposant et inventeur
☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)

n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office

Nationalité (nom de l'État) :

Domicile (nom de l'État) :

Cette personne est déposant pour :

- ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☐ les États-Unis d'Amérique seulement ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire

Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.)

Cette personne est :

- ☐ déposant seulement
☐ déposant et inventeur
☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)

n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office

Nationalité (nom de l'État) :

Domicile (nom de l'État) :

Cette personne est déposant pour :

- ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☐ les États-Unis d'Amérique seulement ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire

Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne morale, désignation officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le nom du pays. Le pays de l'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son domicile si aucun domicile n'est indiqué ci-dessous.)

Cette personne est :

- ☐ déposant seulement
☐ déposant et inventeur
☐ inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)

n° sous lequel le déposant est inscrit auprès de l'office

Nationalité (nom de l'État) :

Domicile (nom de l'État) :

Cette personne est déposant pour :

- ☐ tous les États désignés ☐ tous les États désignés sauf les États-Unis d'Amérique ☐ les États-Unis d'Amérique seulement ☐ les États indiqués dans le cadre supplémentaire

☐ D'autres déposants ou inventeurs sont indiqués sur une feuille annexe.

Cadre n° V DÉSIGNATIONS

Le dépôt de la présente requête vaut, selon la règle 4.9.a), désignation de tous les États contractants liés par le PCT à la date du dépôt international, aux fins de la délivrance de tout titre de protection disponible et, le cas échéant, aux fins de la délivrance à la fois de brevets régionaux et nationaux.

Cependant,

☐ DE Allemagne n'est désignée pour aucun titre de protection nationale

☐ JP Japon n'est désigné pour aucun titre de protection nationale

☐ KR République de Corée n'est désignée pour aucun titre de protection nationale

☐ RU Fédération de Russie n'est désignée pour aucun titre de protection nationale

(Les cases mentionnées ci-dessus peuvent seulement être utilisées pour exclure (irrévocablement) les désignations concernées si, au moment du dépôt, la demande internationale revendique dans le cadre n° VI la priorité d'une demande nationale antérieure déposée dans l'État considéré, afin d'éviter que cette demande nationale antérieure ne cesse de produire ses effets en vertu de la législation nationale. Voir les notes relatives au cadre n° V en ce qui concerne les conséquences de telles dispositions de la législation nationale dans ces États.)

Cadre n° VI REVENDICATION DE PRIORITÉ

La priorité de la ou des demandes antérieures suivantes est revendiquée :

Date de dépôt de la demande antérieure (jour/mois/année)	Numéro de la demande antérieure	Lorsque la demande antérieure est une :		
		demande nationale : pays ou membre de l'OMC	demande régionale :* office régional	demande internationale : office récepteur
point 1) 20 mai 2005 (20/05/2005)	05 05053			
point 2) 25 novembre 2005 (25/11/2005)	05 11921			
point 3)				

☐ D'autres revendications de priorité sont indiquées dans le cadre supplémentaire.

L'office récepteur est prié de préparer et de transmettre au Bureau international une copie certifiée conforme de la ou des demandes antérieures (seulement si la demande antérieure a été déposée auprès de l'office qui, aux fins de la présente demande internationale, est l'office récepteur) indiquées ci-dessus sous :

☐ tous les points ☐ le point 1) ☐ le point 2) ☐ le point 3) ☐ autre, voir le cadre supplémentaire

* Si la demande antérieure est une demande ARIPO, indiquer au moins un pays partie à la Convention de Paris pour la protection de la propriété industrielle ou un membre de l'Organisation mondiale du commerce pour lequel cette demande antérieure a été déposée (règle 4.10.b)ii)) :

Cadre n° VII ADMINISTRATION CHARGÉE DE LA RECHERCHE INTERNATIONALE

Choix de l'administration chargée de la recherche internationale (ISA) (si plusieurs administrations chargées de la recherche internationale sont compétentes pour procéder à la recherche internationale, indiquer l'administration choisie; le code à deux lettres peut être utilisé) :

ISA / O.E.B.

Demande d'utilisation des résultats d'une recherche antérieure; mention de cette recherche (si une recherche antérieure a été effectuée par l'administration chargée de la recherche internationale ou demandée à cette dernière) :

Date (jour/mois/année) Numéro Pays (ou office régional)

24 novembre 2005 (24/11/2005) FA 664371 Office Européen des Brevets

Cadre n° VIII DÉCLARATIONS

Les déclarations suivantes figurent dans les cadres n° VIII.i) à v) (cocher ci-dessous la ou les cases appropriées et indiquer dans la colonne de droite le nombre de chaque type de déclaration) :

		Nombre de déclarations
☐ cadre n° VIII.i)	déclaration relative à l'identité de l'inventeur	:
☐ cadre n° VIII.ii)	déclaration relative au droit du déposant, à la date du dépôt international, de demander et d'obtenir un brevet	:
☐ cadre n° VIII.iii)	déclaration relative au droit du déposant, à la date du dépôt international, de revendiquer la priorité d'une demande antérieure	:
☐ cadre n° VIII.iv)	déclaration relative à la qualité d'inventeur (seulement aux fins de la désignation des États-Unis d'Amérique)	:
☐ cadre n° VIII.v)	déclaration relative à des divulgations non opposables ou à des exceptions au défaut de nouveauté	:

Cadre n° IX BORDEREAU; LANGUE DE DÉPÔT

La présente demande internationale contient :	Le ou les éléments suivants sont joints à la présente demande internationale (cocher la ou les cases appropriées et indiquer dans la colonne de droite le nombre de chaque élément) :	Nombre d'éléments
a) sur papier le nombre de feuilles suivant :		
requête (y compris la ou les feuilles pour déclaration) :	1. ☒ feuille de calcul des taxes :	1
description (à l'exception du listage des séquences ou des tableaux y relatifs) :	2. ☐ original du pouvoir distinct :	
revendications :	3. ☐ original du pouvoir général :	
abrégé :	4. ☐ copie du pouvoir général; le cas échéant, numéro de référence :	
dessins :	5. ☐ explication de l'absence d'une signature :	
Sous-total de feuilles :	6. ☒ document(s) de priorité indiqué(s) dans le cadre n° VI au(x) point(s) :	2
listage des séquences :	7. ☐ traduction de la demande internationale en (langue) :	
tableaux y relatifs :	8. ☐ indications séparées concernant des micro-organismes ou autre matériel biologique déposés :	
(pour les deux éléments, nombre réel de feuilles s'ils sont déposés sur papier, qu'ils soient ou non également déposés sous forme électronique; voir c) ci-après)	9. ☐ listage des séquences sous forme électronique (indiquer type et nombre de supports) :	
Nombre total de feuilles :	i) ☐ copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de la règle 13ter seulement (et non en tant que partie de la demande internationale) :	
	ii) ☐ (seulement lorsque la case b)i) ou c)i) de la colonne de gauche est cochée) exemplaires supplémentaires, y compris, le cas échéant, copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de la règle 13ter :	
	iii) ☐ avec la déclaration pertinente quant à l'identité entre la copie - ou les exemplaires supplémentaires - et le listage des séquences mentionné dans la colonne de gauche :	
b) ☐ seulement sous forme électronique (instruction 801.a)i))	10. ☐ tableaux sous forme électronique relatifs au listage des séquences (indiquer type et nombre de supports) :	
i) ☐ listage des séquences	i) ☐ copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de l'instruction 802.b-quater) seulement (et non en tant que partie de la demande internationale) :	
ii) ☐ tableaux y relatifs	ii) ☐ (seulement lorsque la case b)ii) ou c)ii) de la colonne de gauche est cochée) exemplaires supplémentaires, y compris, le cas échéant, copie remise aux fins de la recherche internationale en vertu de l'instruction 802.b-quater) :	
c) ☐ également sous forme électronique (instruction 801.a)ii))	iii) ☐ avec la déclaration pertinente quant à l'identité entre la copie - ou les exemplaires supplémentaires - et les tableaux mentionnés dans la colonne de gauche :	
i) ☐ listage des séquences	11. ☒ autres éléments (préciser) : lettre d'accompagnement :	1
ii) ☐ tableaux y relatifs :		
Type et nombre de supports (disquette, CD-ROM, CD-R ou autre) sur lesquels figurent le ou les		
i) ☐ listage des séquences :		
ii) ☐ tableaux y relatifs :		
(exemplaires supplémentaires à indiquer aux points 9.ii) ou 10.ii), dans la colonne de droite)		

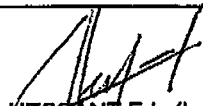
Figure des dessins qui doit accompagner l'abrégé :

Langue de dépôt de la demande internationale :

Française

Cadre n° X SIGNATURE DU DÉPOSANT, DU MANDATAIRE OU DU REPRÉSENTANT COMMUN

À côté de chaque signature, indiquer le nom du signataire et à quel titre l'intéressé signe (si cela n'apparaît pas clairement à la lecture de la requête).


 HESSANT Eric (Le Mandataire)
 Le 10 mai 2006

Réservé à l'office récepteur		Réservé au Bureau international	
1. Date effective de réception des pièces supposées constituer la demande internationale :		2. Dessins :	
3. Date effective de réception, rectifiée en raison de la réception ultérieure, mais dans les délais, de documents ou de dessins complétant ce qui est supposé constituer la demande internationale :		☐ reçus :	
4. Date de réception, dans les délais, des corrections demandées selon l'article 11.2) du PCT :		☐ non reçus :	
5. Administration chargée de la recherche internationale (si plusieurs sont compétentes) : ISA /		6. ☐ Transmission de la copie de recherche différée jusqu'au paiement de la taxe de recherche	

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

116
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 07-121376- -00000-0000

Fecha: 2007-11-15 17:26:06 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra 11 PATENTE DE YII Eje: 379 FASENACIONALII
Art. 411 PRESENTACION Folios: 115

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

117

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
RODRIGUEZ D ALEMAN DILIA MARIA

REFERENCIA	Radicación No.	7 121376
	Solicitud internacional	PCT/IB2006/001321
	Fecha inicio fase nacional	20/12/2007
	Trámite	11
	Evento	379
	Actuación	430
	Oficio No.	

314

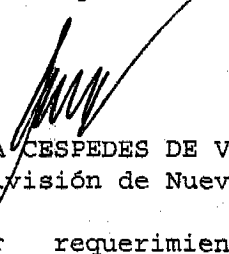
Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se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

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

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

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

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


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

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha 11-ENE 2008
jfernand