

Epreuve d'un candidat

Réponse Notification

Mme, Mr,

En réponse à votre notification ci-joint nouveau jeu de revendications en remplacement du jeu initial

1. Support des revendications

A 123(2) CBE

rev. 1 :

rev. 1 d'origine

+ descr. : alkyle C_8 à C_{16}

+ p. 6 § 3 : ordre des étapes

+ neutralisation : p. 5 § 3

+ degré d'alkoxylation : p. 2 § 6

rev. 2 : descr. p. 3 § 3

rev. 3 : descr. p. 4 § 2

rev. 4 : descr. p. 4 § 4

rev. 5 : descr. p. 4 § 4 dernière ligne

rev. 6 : descr. p. 5 § 3

rev. 6 : descr. p. 5 § 3

rev. 7, 8 : idem

R 9: rev. initiale n° 2

R 10 : descr. p. 2 § 6

R 11 : descr p. 6 § 4

R. 12 -> R. 15 : revendications initiales 3 -> 7.

2. Nous avons pris en considération les objections de l'examineur selon pt 8 Notification :
neutralisation
et degré d'alkoxylation
sont précisés dans
la nouvelle rev. 1.

3. Nouveauté

DI décrit la préparation d'agents tensio-actifs non ioniques par alcoxylation (= oxyalkylation) (voir § 2 ou DI) càd des émulsifiants alcoxylés. Il n'y a pas d'étape de sulfonation.

DII décrit la fabrication d'agents tensio-actifs anioniques du type para-alkylsulfonates càd des émulsifiants sulfonés. Il n'y a pas d'étape d'alcoxylation.

DIII décrit des émulsifiants alcoxylés et sulfonés, fabriqués en transformant de l'alkylphénol en 2 étapes réactionnelles successives :

- 1) un alkylphénol, par exemple du 1-kydroxy.
4-dodécylbenzène (= dodécyl phénol) est éthoxylé "a des températures de 100 à 150° C et avec un rapport molaire entre l'oxyde d'éthylène et l'alkylphénol de 2 à 10"
cf. D III p. 2 § 2
- 2) le produit réactionnel est ensuite transformé en groupe sulfate = sulfonation, puis neutralisé cf. D III p. 2 § 3

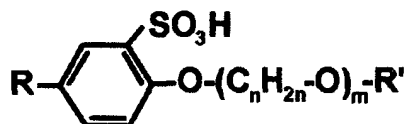
Par contre, selon le procédé défini dans notre nouvelle revendication 1, on effectue la sulfonation puis ensuite l'alcoxylation.

D IV décrit la sulfonation du para-dodécylphénol en l'acide 2-hydroxy - 5 - dodécylbenzène sulfonique, à l'aide de SO₃.

Cf. D IV l. 25 - 35

Il n'y a pas d'étape d'alcoxylation.

D V décrit des produits de formule : R = alkyle en C₁₈ à C₂₄



notamment sous forme de sels alcalins obtenus par sulfonation selon D II N D IV suivie d'une alcoxylation selon D II pour augmenter la résistance au gel des mélanges de béton.

Le R alkyle comporte de 18 à 24 C contrairement à notre R alkyle qui comporte de 8 à 16 C.

4. Activité inventive

2 documents de l'état de la technique décrivent des procédés de fabrication d'émulsifiant par sulfonation et alcoxylation : D III et D V.

D V concerne des produits de départ fort différents, dont le R alkyle a de C₁₈ à C₂₄ pour augmenter résistance au gel des mélanges de béton.

Il ne s'agit donc pas d'une utilisation en milieu acide ou à température élevée > 120° C (--> descr. p. 6 § 3 lignes 17-18).

On considère donc D III comme étant l'état de la technique le + proche.

Les différences entre le procédé revendiqué et cet état de la technique le plus proche est le fait que selon D III on effectue d'abord l'oxyalkylation puis la sulfonation.

L'ordre des étapes est donc inversé.

Le problème objectif est que les composés fabriqués ainsi se décomposent dans des conditions acides et/ou à une température élevée, p. ex. au-dessus de 120° C : voir descr. p. 6 § 3 et D III p. 2, l. 21-25 : "il convient ... de ne pas dépasser une température de ... (car cela peut conduire) à une séparation de sulfate".

Le problème est résolu par l'objet de la nouvelle revendication 1 : "les produits qui ont d'abord été sulfonés puis ont subi une alcoxilation sont nettement plus stables à l'égard d'un milieu acide ..." (voir descr. p. 6 § 3).

Il n'y a aucune indication dans l'état de la technique dans son ensemble qui inciterait l'homme du métier confronté à ce problème technique de modifier ou d'adapter l'état de la technique le plus proche pour obtenir un procédé couvert par les termes de la rev. 1.

D V mentionne un procédé dont l'ordre des étapes est inversé par rapport à D III mais concernant des produits différents et de plus rien ne dit ni ne suggère dans D V que l'inversion des étapes procure une meilleure stabilité.

La stabilité obtenue par le procédé selon notre invention est clairement démontrée dans le tableau 1 de notre demande, lu avec le § 2 de la p. 9 de la description :

En résumé :

procédé	stabilité
alkoxylation puis sulfonation c ₁₂ ^g /OE = essais a à d (ex. 1)	turbidité prononcée
sulfonation puis alcoxilation : e -> g exemple 2	inchangé (*)

(*) sauf essai g, avec C18 où il y a léger voile.

Autrement dit, .) produits selon D III
essais a à d → pas stables (turbide)

.) produit selon D V
cf essai g → léger voile
.) produit selon l'invention : e, f : inchangé c à d stable.

Par conséquent une activité inventive doit être reconnue pour le procédé selon la présente invention et par conséquent également pour le produit selon R 2 et les utilisations selon ... (A 56 CBE).

Le Représentant

.../...

Note concernant Activité inventive

N.B. Si on considère D V comme état de la technique le + proche, problème à résoudre est augmenter résistance à l'acide notamment pour répondre à des utilisations plus exigeantes concernant stabilité en milieu acide, contrairement à l'utilisation dans béton comme décrit dans D V.

Resolu en utilisant alkyle ayant de 8 à 16 C,
qui se sont avérés particulièrement avantageux : cf. descr. p2 § 6 l. 29-30.

Nouvelles revendications

1. Procédé de fabrication d'émulsifiants par réaction de para-alkylphénol de formule $p\text{-R-C}_6\text{H}_4\text{-OH}$, où R désigne un groupe alkyle en n C à 6 C en deux étapes réactionnelles distinctes avec de l'oxyde d'alkylène R^1O , où $\text{R}^1 = \text{-CH}_2\text{-CHR}^2\text{-}$ et $\text{R}^2 = \text{-H, -CH}_3 \text{ ou } \text{-C}_2\text{H}_5$, = OXYALKYLATION et b) avec du trioxyde de soufre SO_3 , "SULFONATION" dans lequel

a) sulfonation :

du SO_3 est ajouté à l'alkylphénol sous une forme diluée avec un gaz porteur à des températures pouvant atteindre 135°C en un excès de 3 à 10 mol-%, rapporté à la quantité équimolaire théoriquement nécessaire pour additionner une molécule de SO_3 par noyau benzénique.

b) le produit sulfoné est neutralisé immédiatement après la sulfonation.

ensuite :

c) au moins un oxyde d'alkylène de la susdite formule est mis à réagir avec le produit de l'étape réactionnelle a) dans un rapport molaire de 2 à 10 à des températures de 100 à 150°C ;

le degré d'alcoxylation (nombre d'unités d'oxyalkylates dans la chaîne d'oligo éthers) se situe dans le domaine de $n = 1$ à $n = 10$.

R. 2 Procédé selon R. 1

car en ce que

la pression lors de l'oxyalkylation
est de $0,4$ à $0,6\text{ MPa}$.

R. 3 Procédé selon ...

car en ce que, dans l'étape de sulfonation, la concentration du trioxide de soufre dans le gaz porteur est de 4 à 8%.

R. 4 Procédé selon l'1 des R1 ou R2

car en ce que

la température de sulfonation est de maximum 80°C .

R. 5 Procédé selon l'1 des R1 à 4
car en ce que
la température de sulfonation est au minimum égale à 60° C.

R. 6 Procédé selon l'1 des R1 à R5
car en ce que
la neutralisation est effectuée
en mélangeant le produit avec un solvant.

R. 7 Procédé selon la R. 6
car en ce que
la solution mélangée est
neutralisée avec un hydroxyde de métal alcalin, sous forme de solution aqueuse de 30 à 60% en poids.

R. 8 Procédé selon R. 6 ou R. 7
car en ce que le solvant de neutralisation est le xylène

Revendication 9 :

Emulsifiant susceptible d'être obtenu par réactions d'un p-alkylphénol selon la formule de la R. 1 en deux étapes réactionnelles successives et distinctes, avec de l'oxyde d'alkylène et avec du trioxyde de soufre conformément au procédé selon l'1 des revendications 1 à 8.

R. 10 Emulsifiant selon revendication 9

car en ce que

les groupes alkyles linéaires sont des produits préparés à partir de mélanges techniques d'alkylphénol homologues dont les groupes alkyles ont en moyenne de 10 à 14 atomes de carbone.

R. 11 Emulsifiant selon R 10

car en ce que

le degré d'alcoxylation

des mélanges homologues ayant des valeurs moyennes pour n de 2 à 4.

R. 12 Utilisation de l'émulsifiant selon la revendication 9 dans l'extraction renforcée du pétrole.

R. 13 Utilisation de l'émulsifiant selon la revendication 9 dans des lubrifiants pour la fabrication de fibres et de fils synthétiques.

R. 14 Utilisation de l'émulsifiant selon la revendication 9 comme additif pour le béton.

R. 15 Utilisation de l'émulsifiant selon la revendication 9 dans la polymérisation en émulsion ou en micro-suspension de monomères éthyléniquement insaturés.

Division éventuelle

Il y a peut être lieu d'envisager division concernant des mélanges de composés homologues càd des mélanges de composés issus des mêmes substances de départ avec des variations dans les longueurs de chaîne R et dans les degrés d'alcoxylation n de chaque x une valeur moyenne" : descr. p. 7 § 2.

Pas le temps d'étudier plus la question.