

EXAMEN EUROPEEN DE QUALIFICATION 2010

Epreuve B(Ch)

Chimie

Cette épreuve contient :

- | | |
|-----------------------------------|---------------------|
| * Annexe 1
Demande de brevet | 2010/B(Ch)/FR/1-8 |
| * Annexe 2
Notification | 2010/B(Ch)/FR/9-10 |
| * Annexe 3
Document 1 | 2010/B(Ch)/FR/11-13 |
| * Annexe 4
Document 2 | 2010/B(Ch)/FR/14-15 |
| * Annexe 5
Lettre du demandeur | 2010/B(Ch)/FR/16 |
| * Copie de travail | |

Annexe 1 (Demande de brevet)

Mines pour crayons de couleur

5 [001] La demande porte sur des mines pour crayons de couleur, et notamment sur des mines permettant de fabriquer des crayons qui laissent des marques effaçables sur le papier.

10 [002] Les crayons noirs classiques sont constitués d'une mine fixée par adhésion dans une gaine en bois. Les mines des crayons noirs sont faites d'un mélange de kaolin et de graphite, extrudé, et cuit à une température de 950-1200°C. La mine ainsi obtenue est imprégnée d'une cire, avant d'être fixée à la gaine pour donner un crayon. Les marques de ces crayons sur le papier sont faciles à effacer.

15 [003] Les crayons de couleur sont fabriqués différemment. Pour former la mine, un oxyde métallique, un liant, un pigment, des lubrifiants et des dispersants sont mélangés et extrudés. Les mines de couleur ne sont généralement chauffées qu'à des températures inférieures à 150°C car les pigments utilisés ne résistent pas à des températures supérieures. Typiquement, les marques de crayons de couleur sur le
20 papier ne peuvent être effacées qu'en frottant longtemps le papier à l'aide d'une gomme. Parfois, le papier est endommagé avant que les marques n'aient disparu. Il y a donc grandement besoin dans ce domaine de crayons de couleur qui produisent des marques faciles à effacer.

25 [004] En étudiant les différences qui existent entre crayons de couleur et crayons noirs, les inventeurs de la présente invention sont arrivés à la conclusion que la marque d'un crayon noir reste confinée à la surface du papier tandis que la marque des crayons de couleur pénètre dans la structure du papier. Les inventeurs pensent que ceci est dû au fait que les mines des crayons de couleur sont plus tendres, et proposent donc une
30 mine plus dure. Pour ce faire, on utilise le nitrure de bore hexagonal ou le mica dans la mine. On pense aussi que la structure feuilletée du nitrure de bore hexagonal ou du mica augmente les chances que la marque du crayon demeure à la surface du papier.

[005] Les compositions des mines de crayon selon l'invention comprennent un liant, un dispersant, un pigment et un lubrifiant, et sont caractérisées en ce qu'elles contiennent au moins 20% en poids de nitrure de bore hexagonal ou de mica. Une composition préférée de mine de crayon selon l'invention est constituée de (tous les pourcentages dans la demande sont en poids) :

Nitrure de bore hexagonal ou mica 25-45%

Oxyde métallique jusqu'à 60%

Liant 5-10%

Dispersant 0,5-2,0%

Lubrifiant 10-25%

Pigment 0,2-30%

Jusqu'à 5% d'ingrédients facultatifs,

à condition que la somme de l'oxyde métallique, du nitrure de bore hexagonal et du mica soit de 40-85%.

[006] La composition la plus préférée est la suivante :

Nitrure de bore hexagonal ou mica 25-35%

Oxyde métallique 15-45%

Liant 5-10%

Dispersant 1,0-1,5%

Lubrifiant 10-20%

Pigment 0,2-30%

à condition que la somme de l'oxyde métallique, du nitrure de bore hexagonal et du mica soit de 50-70%.

[007] Le nitrure de bore et le mica sont relativement chers. Il est donc préférable d'employer également un oxyde métallique tel que l'oxyde d'aluminium ou le dioxyde de titane. Les mines de crayon qui contiennent de 25 à 45% de nitrure de bore hexagonal ou de mica font des marques particulièrement faciles à effacer.

[008] Le liant peut être l'alcool polyvinylique, un amidon modifié ou un dérivé de la cellulose, ou encore un mélange de ces liants. Le liant est de préférence un éther de cellulose et peut être choisi parmi la méthylcellulose, l'hydroxypropylcellulose ou l'hydroxypropyléthylcellulose. Si le liant est un éther de cellulose, il est également possible d'ajouter 0,1-0,5% d'un agent réticulant à la composition. Cet agent réticulant est typiquement un aldéhyde ou un diisocyanate. Parmi les aldéhydes entrant en ligne de compte, on citera le benzaldéhyde, le glutaraldéhyde et le glyoxal. Un diisocyanate adéquat est le diisocyanate de méthylphényle. L'agent réticulant réagit avec le liant, ce qui augmente la dureté de la mine.

10

[009] Le dispersant peut être choisi parmi les dispersants peu toxiques disponibles sur le marché et est typiquement un ester de sorbitan.

[010] Le lubrifiant contient préférentiellement un acide gras ayant au moins 16 atomes de carbone, ou un de ses sels métalliques. L'acide gras particulièrement préféré est l'acide stéarique. Les sels métalliques préférés sont le stéarate de calcium et/ou le stéarate de zinc. Jusqu'à la moitié du lubrifiant peut être constituée d'une cire. La présence d'une cire dans le lubrifiant réduit considérablement l'usure des machines servant à fabriquer les mines. Toutefois, la combinaison d'une cire et de nitrure de bore hexagonal ou de mica augmente le pourcentage de mines qui se cassent. Les mines qui se brisent en cours de fabrication doivent être éliminées, ce qui occasionne des coûts supplémentaires non négligeables.

15
20

[011] Les pigments utilisés sont des pigments standards sélectionnés en fonction de la couleur souhaitée du crayon. Il est possible d'inclure des ingrédients facultatifs, comme les amérissants, les parfums et les agents conservateurs. Cependant, on y renoncera de préférence.

25

[012] Le procédé de fabrication des mines de crayon comprend le malaxage de l'ensemble des ingrédients avec une quantité d'eau minimale. La pâte obtenue est ensuite extrudée pour produire les mines. Les mines extrudées sont séchées à une température de 50-150°C pendant 1-4 heures. Une fois refroidies, elles peuvent être

5 intégrées dans des crayons par un procédé classique. Si l'on doit réticuler le liant, une température de séchage d'au moins 110°C est nécessaire afin d'assurer que la réaction de réticulation soit complète.

Exemples

10

[013] Exemple 1

On prépare une composition de mine de crayon avec la formulation suivante :

Somme d'oxyde d'aluminium + nitrure de bore hexagonal (somme = 65%)

15 Liant : méthylcellulose 7%

Dispersant : ester de sorbitan 1%

Lubrifiant : acide stéarique 17%

Pigment : Vert n° 7 10%

20 [014] Pour la fabrication de la mine, l'ensemble des ingrédients a été malaxé avec une quantité minimale d'eau jusqu'à former une pâte. Les mines ont ensuite été extrudées à partir du mélange, puis séchées à 120°C pendant 2 heures. Les mines ainsi obtenues ont été utilisées pour la fabrication de crayons selon un procédé classique. On a fait varier la teneur en nitrure de bore hexagonal. Les propriétés d'écriture ont été testées

25 conformément au test 4B standard. L'effacement des marques a été testé à l'aide d'une gomme disponible dans le commerce, et noté de 1 à 5, la note 1 signifiant que la marque s'efface difficilement, la note 5 signifiant qu'elle s'efface très facilement. On a également mesuré le pourcentage de mines cassées ou tordues devant être éliminées.

Pourcentage de nitrure de bore hexagonal dans la mine de crayon	Propriétés d'écriture	Test d'effaçage	Pourcentage d'élimination
0	bon	1	0,5
15	bon	1	1
25	bon	4	1
35	bon	4	1
45	bon	4	1,5
55	bon	3	2,0

[015] Cet exemple montre que les marques des mines de crayon sont plus faciles à effacer si la mine contient du nitrure de bore hexagonal. Les autres propriétés majeures de la mine de crayon n'ont pas été considérablement détériorées par l'utilisation du nitrure de bore hexagonal.

[016] **Exemple 2**

D'autres mines de crayon ont été fabriquées selon la méthode de l'exemple 1, et l'effet du lubrifiant a été étudié. Les mines testées avaient la composition suivante :

- 10 Oxyde d'aluminium 35% + nitrure de bore hexagonal 30% (somme = 65%)
- Liant : méthylcellulose 7%
- Dispersant : ester de sorbitan 1%
- Lubrifiant : comme indiqué dans le tableau, 17%
- 15 Pigment : Vert n° 7 10%

Les résultats obtenus sont les suivants :

Lubrifiant	Propriétés d'écriture	Test d'effaçage	Pourcentage d'élimination
Acide stéarique	Bon	4	1
Acide stéarique 10% et cire de carnauba 7%	Bon	4	2,5
Stéarate de calcium	Bon	5	1,5
Stéarate de calcium 10% et cire de carnauba 7%	Bon	4	3

[017] Exemple 3

- 5 Une autre série d'expériences a été réalisée pour tester des liants différents. Les méthodes utilisées pour fabriquer et tester les crayons étaient les mêmes que celles de l'exemple 1. La mine avait la composition suivante :

Oxyde d'aluminium 35% + nitrure de bore hexagonal 30% (somme = 65%)

- 10 Liant : comme indiqué dans le tableau ci-dessous, 7%

Dispersant : ester de sorbitan 1%

Lubrifiant : acide stéarique 17%

Pigment : Vert n° 7 10%

Les résultats obtenus sont les suivants :

Liant	Propriétés d'écriture	Test d'effaçage	Pourcentage d'élimination
Méthylcellulose	Bon	4	1
Hydroxypropylcellulose	Bon	4	1,2
Cellink 34b*	Bon	5	1,2
Hydroxypropyléthylcellulose	Bon	4	1

- 5 * Cellink 34b est un liant hydroxypropylcellulose disponible dans le commerce et contenant 0,5% de benzaldéhyde qui a pour effet de réticuler le liant lors du séchage.

[018] Les exemples 1-3 ont été répétés en utilisant du mica à la place du nitrure de bore hexagonal et des résultats identiques ont été obtenus. Les exemples démontrent que
10 les mines de crayon qui laissent des marques effaçables peuvent être obtenues à partir d'une large gamme de compositions de mines de crayons si du nitrure de bore hexagonal ou du mica sont utilisés.

Revendications

1. Composition de mine de crayon comprenant un liant, un dispersant, un pigment et un lubrifiant, caractérisée en ce qu'elle contient au moins 20% en poids de nitrure de bore hexagonal ou de mica.
2. Composition de mine de crayon selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle est constituée de :

Nitrure de bore hexagonal ou mica 25-45%

Oxyde métallique jusqu'à 60%

Liant : 5-10%

Dispersant : 0,5-2,0%

Lubrifiant : 10-25%

Pigment : 0,2-30%

Jusqu'à 5% d'ingrédients facultatifs,

à condition que la somme de l'oxyde métallique, du nitrure de bore hexagonal et du mica soit de 40-85%.

3. Méthode pour fabriquer une mine de crayon avec une composition selon la revendication 1 comprenant les étapes suivantes : malaxer l'ensemble des ingrédients avec une quantité minimale d'eau jusqu'à former une pâte ; extruder la pâte pour obtenir les mines ; faire sécher les mines extrudées à une température de 50-150°C pendant 1-4 heures.

Annexe 2 (Notification)

1. Le document 1 (cf. revendications, exemple et paragraphes [004] et [009]) divulgue des compositions de mines de crayons contenant une charge, un liant, un lubrifiant, un dispersant et un pigment ainsi qu'un amérisant. La composition peut contenir du nitrure de bore hexagonal ou du mica en tant que charges. La composition de l'exemple a une teneur pondérale en mica de 30%. La mine est obtenue en malaxant l'ensemble des ingrédients avec une quantité minimale d'eau. La pâte obtenue est ensuite extrudée pour produire les mines. Les mines extrudées sont séchées à une température de 120-150°C pendant 1 heure. Le document 1 détruit donc la nouveauté de l'objet des revendications 1-3 (articles 52(1), 54(1) et (2) CBE).

2. Le document 2 (voir l'exemple) divulgue un crayon de couleur contenant une mine qui comprend une charge, un liant, un lubrifiant, un dispersant et un pigment. La charge utilisée est le mica à une teneur de 65% de la composition totale. Pour fabriquer la mine, on malaxe l'ensemble des ingrédients avec une quantité minimale d'eau. La pâte résultante est ensuite extrudée pour produire les mines. Les mines extrudées sont séchées à une température de 110-120°C pendant 1-2 heures. Le document D2 détruit donc également la nouveauté de l'objet des revendications 1 et 3 (articles 52(1), 54 (1) et (2) CBE).

3. L'objet de la revendication 2 manque de clarté (article 84 CBE). Si l'on fait la somme des ingrédients de la composition de mine de crayon, on arrive à plus de 100% lorsque l'on donne à la somme d'oxyde métallique, de nitrure de bore hexagonal et de mica sa valeur maximale de 85% en poids (les teneurs minimales de liant 5%, lubrifiant 10%, dispersant 0,5% et pigment 0,2% impliquent que la teneur minimale totale de l'ensemble des composants est de 100,7%). Une composition dont la somme des ingrédients dépasse 100% manque de clarté.

4. S'il souhaite maintenir sa demande, le demandeur est prié de déposer de nouvelles revendications qui prennent en considération les objections qui précèdent. Il devra veiller à ce que les nouvelles revendications satisfassent aux exigences de la CBE en matière de clarté, de nouveauté et d'activité inventive ainsi qu'éventuellement en matière d'unité (articles 54, 56, 82 and 84 CBE). L'attention est également attirée sur le fait que les modifications ne peuvent pas introduire d'éléments allant au-delà du contenu de la demande telle que déposée (article 123(2) CBE).

5. La lettre de réponse doit indiquer en quoi les nouvelles revendications diffèrent de l'art antérieur divulgué dans les documents 1 et 2. Le problème technique qui sous-tend l'invention eu égard à l'état antérieur de la technique le plus proche et à la solution apportée à ce problème doit être facile à déduire des déclarations du demandeur (règle 42(1)c) CBE et Directives de l'OEB, C-IV, 11.7).

6. Pour faciliter l'examen quant à la question de savoir si les nouvelles revendications renferment des éléments allant au-delà du contenu de la demande telle que déposée, il est demandé au demandeur d'identifier de façon précise, dans les pièces de la demande, les passages sur lesquels se fondent les modifications proposées (article 123(2) CBE).

Annexe 3 (Document 1)

Crayons de couleur pour enfants

5 [001] L'invention porte sur des crayons de couleur pour enfants.

[002] Les crayons sont fabriqués selon une méthode qui n'a pas changé depuis de nombreuses années. On coupe du bois de cèdre en fines lamelles, sur lesquelles on pratique des rainures. La mine est insérée dans la rainure et fixée à l'aide d'un adhésif.

10 Une deuxième lamelle est mise en place et collée sur la première lamelle de façon symétrique et de sorte à prendre la mine en sandwich. Le sandwich ainsi formé est débité en crayons, qui sont ensuite peints et taillés. Pour fabriquer les mines des crayons de couleur, on mélange une charge avec un liant, un dispersant, un lubrifiant et un pigment. L'ensemble de ces matériaux est ensuite malaxé, extrudé et séché pour
15 former les mines.

[003] Les inventeurs de la présente invention fournissent des crayons pour enfants depuis de nombreuses années. Ces crayons ne peuvent contenir d'ingrédient toxique, car les enfants les mettent souvent en bouche. Des fragments des crayons peuvent se
20 détacher lorsque les enfants rongent les crayons. Ils risquent alors de s'étouffer. Les crayons peuvent momentanément tacher la bouche des enfants ou être ingérés. Même si les ingrédients contenus dans le crayon sont sans danger, les parents peuvent s'alarmer lorsqu'ils surprennent leur enfant avec la bouche colorée ou en train de manger un crayon. La présente invention s'attaque au problème posé par l'habitude
25 qu'ont les enfants de mettre les crayons en bouche. La solution apportée au problème consiste à intégrer un amérisant à la mine du crayon. Rebuté par le goût amer, l'enfant arrête rapidement de ronger le crayon.

[004] La charge utilisée peut être choisie parmi le nitrure de bore hexagonal, l'oxyde
30 d'aluminium, le dioxyde de titane, le mica, ou encore un mélange de ces substances. La charge contribue à établir les propriétés d'écriture du crayon. On considère que les crayons dont les mines contiennent environ 30% en poids de nitrure de bore hexagonal ou de mica laissent des marques effaçables sur le papier. Ceci est attribué à la structure feuilletée de ces charges.

[005] Le liant utilisé est de préférence un dérivé de cellulose ou un amidon modifié ; la méthylcellulose étant particulièrement préférée. Alternativement, on peut utiliser un polyacrylate. Le dispersant permet d'améliorer le mélange des ingrédients de la mine. Le dispersant est de préférence un ester de sorbitan.

5

[006] Le lubrifiant est utilisé pour assurer que le crayon glisse bien sur le papier lors de l'écriture. Le lubrifiant est généralement un mélange de cire et soit d'acide stéarique, soit de stéarate métallique.

10 [007] De nombreux pigments non toxiques convenant à la présente invention sont disponibles sur le marché dans toute la gamme des couleurs. Les amérisants préférés sont les Angostura amers, les houblons ou la quinine.

15 [008] Une composition typique pour une mine de crayon selon l'invention est la suivante :

Charge : 40-70%

Liant : 5-10%

Dispersant : 0,5-2,0%

20 Lubrifiant : 10-40%

Pigment : 0,2-30%

Amérisant : 0,1-0,5%

Tous pourcentages sont en poids.

25 [009] On fabrique les mines de crayons en malaxant l'ensemble des ingrédients avec une quantité minimale d'eau. La pâte obtenue est ensuite extrudée pour donner les mines. Les mines extrudées sont séchées à une température de 120-150°C pendant 1 heure. Une fois refroidies, elles sont prêtes à être intégrées aux crayons par une méthode classique. La forme finale du crayon peut être choisie librement. Le crayon
30 peut par exemple avoir une section circulaire, hexagonale ou triangulaire. Il est également possible de recouvrir le crayon de picots en plastique pour améliorer sa prise en main.

[010] **Exemple**

On prépare une mine de crayon verte en malaxant conjointement 30% d'oxyde d'aluminium ; 30% de mica ; 8% de méthylcellulose ; 1% d'ester de sorbitan ; 10% de cire de carnauba ; 9,7% d'acide stéarique ; 11% de pigment vert (vert alpha de la société Farblös AG) ; 0,3% d'Angostura amers. La pâte ainsi obtenue est extrudée pour
5 produire la mine et séchée à 130°C pendant 1 heure. La mine est ensuite intégrée à un crayon. Des tests confirment que le crayon a un goût désagréable.

Revendications

10

1. Crayon de couleur comprenant une mine composée d'une charge, d'un liant, d'un lubrifiant, d'un dispersant et d'un pigment, caractérisé en ce que la mine contient également un amérisant.

15

2. Crayon selon la revendication 1, dans lequel l'amérisant est choisi parmi les houblons, les Angostura amers et la quinine.

Annexe 4 (Document 2)

Crayons de couleur

5 [001] Les crayons de couleur sont bien connus de l'état de la technique. Les premiers témoignages à leur sujet remontent à 1823, mais on pense qu'ils étaient déjà fabriqués longtemps avant cette date. Les méthodes de fabrication des crayons de couleur et les compositions de mines adaptées à ces crayons sont bien connues. La méthode classique pour fabriquer des crayons de couleur est la suivante :

10

[002] Un mélange comprenant une charge, un liant, un dispersant, un lubrifiant et un pigment est malaxé en présence d'une quantité minimale d'eau pour donner une pâte. La pâte est extrudée pour former une mine qui est ensuite séchée. Les mines séchées sont débitées aux longueurs voulues, collées dans une rainure pratiquée dans une
15 lamelle en bois, puis assemblées en sandwich avec une autre lamelle. Des crayons sont alors fabriqués à partir du sandwich ainsi formé.

[003] Le séchage de la mine est une des étapes les plus coûteuses du procédé. Les procédés classiques nécessitent de faire sécher la mine pendant 6 heures à 50°C. Ce
20 séchage lent empêche la mine de se tordre ou de se briser durant l'étape de séchage, mais, du fait de sa durée, il ralentit la production et nécessite des fours de séchage de grand volume. Le demandeur propose une composition de mine qui permet de sécher les mines en 2 heures maximum à 110-120°C. Le liant est une méthylcellulose réticulée. On peut facultativement mélanger le liant avec un alcool polyvinylique dans un rapport
25 pondéral de 4:1 à 10:1. L'agent de réticulation est typiquement le benzaldéhyde. La charge utilisée est du mica à une teneur pondérale de 50-70% de la composition. Les autres ingrédients sont des ingrédients classiques.

[004] **Exemple**

On prépare une composition de mine constituée de :

Mica 65% en poids (charge)

5 Méthycellulose 5,8% en poids, alcool polyvinylique 1% en poids et comme agent réticulant Benzaldéhyde 0,2% en poids (liant)

Dispatrol 0,4% en poids (dispersant)

Stéarate de calcium 18% en poids (lubrifiant)

Rouge Igalit 10,5% en poids (pigment)

10 Angostura amers 0,1% en poids (amérisant)

La composition est malaxée avec de l'eau jusqu'à obtenir une pâte, puis extrudée pour obtenir des mines qui sont séchées à 120°C pendant 1,5 heure. 1,5% des mines étaient tordues ou cassées et ont dû être éliminées. Ce pourcentage d'élimination est bien

15 inférieur au seuil d'acceptabilité de 3%.

Revendication

1. Crayon de couleur contenant une mine comprenant une charge, un liant, un dispersant, un lubrifiant et un pigment, caractérisée en ce que le liant est une méthylcellulose réticulée facultativement mélangée à de l'alcool polyvinylique dans un rapport pondéral de 4:1 à 10:1 et en ce que la charge est du mica à une teneur pondérale de 50-70% de la composition.
- 20

Annexe 5 (Lettre du demandeur)

Fax urgent

5 Cher Monsieur,

Nous vous saurions gré de répondre dès que possible à la lettre officielle. Nous sommes à la veille d'un accord très lucratif avec un client potentiel désireux d'obtenir une licence sur la technologie couverte par la demande de brevet. Afin de pouvoir finaliser le
10 contrat, il faut que l'Office européen des brevets accepte un jeu de revendications sur lequel un brevet puisse être délivré. Nous avons soigneusement étudié les documents cités par l'examineur, et nous ne pensons pas qu'ils nous empêchent d'obtenir un brevet puisqu'ils ne portent pas principalement sur des crayons de couleur effaçables.

15 Vous pouvez apporter aux revendications les changements que vous jugerez nécessaires. Ne modifiez pas encore la description, car nous voulons éviter que la demande arrive à la délivrance avant la signature du contrat de licence. Le preneur de licence souhaite fabriquer des mines de crayon ayant la composition suivante :

20 Dioxyde de titane 30-40% + nitrure de bore hexagonal ou mica 20-30%
Liant : méthylcellulose 6,7% + benzaldéhyde (agent réticulant) 0,3%
Dispersant : ester de sorbitan 1%
Lubrifiant : acide stéarique 7% et cire de carnauba 5%
Pigments : 10-30%

25 Veuillez agréer, Monsieur, l'assurance de notre meilleure considération

T.A. Color

Copie de travail (à découper et coller)

Revendications de l'annexe 1 (Demande de brevet)

1. Composition de mine de crayon comprenant un liant, un dispersant, un pigment et un lubrifiant, caractérisée en ce qu'elle contient au moins 20% en poids de nitrure de bore hexagonal ou de mica.
2. Composition de mine de crayon selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle est constituée de :

Nitrure de bore hexagonal ou mica 25-45%

Oxyde métallique jusqu'à 60%

Liant : 5-10%

Dispersant : 0,5-2,0%

Lubrifiant : 10-25%

Pigment : 0,2-30%

Jusqu'à 5% d'ingrédients facultatifs,

à condition que la somme de l'oxyde métallique, du nitrure de bore hexagonal et du mica soit de 40-85%.

3. Méthode pour fabriquer une mine de crayon avec une composition selon la revendication 1 comprenant les étapes suivantes : malaxer l'ensemble des ingrédients avec une quantité minimale d'eau jusqu'à former une pâte ; extruder la pâte pour obtenir les mines ; faire sécher les mines extrudées à une température de 50-150°C pendant 1-4 heures.