



## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets <sup>6</sup> : <b>C07C 53/126, 51/41</b>	<b>A1</b>	(11) Numéro de publication internationale: <b>WO 95/02571</b> (43) Date de publication internationale: 26 janvier 1995 (26.01.95)
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/BE94/00043</p> <p>(22) Date de dépôt international: 11 juillet 1994 (11.07.94)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 9300748                      16 juillet 1993 (16.07.93)                      BE</p> <p>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): LHOIST RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT S.A. [BE/BE]; Rue Charles-Dubois 28, Saint-Jean-des-Bois, B-1342 Ottignies-Louvain-la-Neuve (BE).</p> <p>(72) Inventeur; et (75) Inventeur/Déposant (US seulement): GOMBART, Marc [FR/FR]; 45, route Moulle, F-62910 Eperlecques (FR).</p> <p>(74) Mandataires: POWIS DE TENBOSSCHE, Roland etc.; Bureau Vander Haeghen S.A., Rue Colonel-Bourg 108A, B-1040 Bruxelles (BE).</p>		<p>(81) Etats désignés: US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).</p> <p><b>Publiée</b> <i>Avec rapport de recherche internationale.</i></p>
<p>(54) Title: MAGNESIUM DERIVATIVE PREPARATION PROCESS</p> <p>(54) Titre: PROCEDE DE PREPARATION DE DERIVES MAGNESIENS</p>		
<p>(57) Abstract</p> <p>Process for the preparation of a magnesium mono or dialkanoate of more than 5 carbon atoms, wherein magnesium oxide and/or hydroxide is reacted with one or more carboxylic acids containing more than 5 carbon atoms in the presence of water, characterized in that, in a first step, a mixture of carboxylic acid(s) and magnesium oxide and/or hydroxide is prepared at such a temperature that at least 80 % of the acid is in melted form, the magnesium oxide and/or hydroxide in said mixture having a reactivity not exceeding 20 seconds, preferably less than 20 seconds, and that, in a second step, water is added to said mixture.</p> <p>(57) Abrégé</p> <p>Procédé de préparation de mono ou dialkanoate, à plus de 5 atomes de carbone, de magnésium dans lequel on fait réagir de l'oxyde et/ou de l'hydroxyde de magnésium avec un ou plusieurs acides carboxyliques possédant plus de 5 atomes de carbone en présence d'eau, caractérisé en ce qu'on prépare dans une première étape un mélange d'acide(s) carboxylique et d'oxyde et/ou d'hydroxyde de magnésium porté à une température telle qu'au moins 80 % de l'acide soit sous forme fondue, l'oxyde et/ou l'hydroxyde de magnésium dudit mélange présentant une réactivité inférieure ou égale à 20 secondes, de préférence inférieure à 20 secondes, et en ce qu'on ajoute, dans une deuxième étape, audit mélange de l'eau.</p>		

**UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	GB	Royaume-Uni	MR	Mauritanie
AU	Australie	GE	Géorgie	MW	Malawi
BB	Barbade	GN	Guinée	NE	Niger
BE	Belgique	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BF	Burkina Faso	HU	Hongrie	NO	Norvège
BG	Bulgarie	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BJ	Bénin	IT	Italie	PL	Pologne
BR	B Brésil	JP	Japon	PT	Portugal
BY	Bélarus	KE	Kenya	RO	Roumanie
CA	Canada	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CF	République centrafricaine	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CG	Congo	KR	République de Corée	SE	Suède
CH	Suisse	KZ	Kazakhstan	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LK	Sri Lanka	SN	Sénégal
CN	Chine	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CS	Tchécoslovaquie	LV	Lettonie	TG	Togo
CZ	République tchèque	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DE	Allemagne	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
DK	Danemark	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	US	Etats-Unis d'Amérique
FI	Finlande	MN	Mongolie	UZ	Ouzbékistan
FR	France			VN	Viet Nam
GA	Gabon				

PROCEDE DE PREPARATION DE DERIVES MAGNESIENS

La présente invention a pour objet un procédé de préparation de mono ou dialcanoate en  $C_5^+$  de magnésium et en particulier de dialcanoate de magnésium.

5 Il est connu de préparer du stéarate de magnésium par préparation d'un milieu semi fondu d'acide stéarique ( $^+$  33% en phase liquide et  $^+$  66% en phase solide), par ajout audit milieu d'un lait de magnésie obtenu à partir de MgO de faible  
10 réactivité (réactivité supérieure à 25 secondes calculée selon la méthode qui sera décrite plus loin) et par ajout audit milieu d'un agent de réactivité tel que de l'acide formique pour démarrer la réaction. La réaction qui est faite  
15 dans une cuve (en batch) nécessite  $^+$  30 minutes pour être sensiblement complète.

La teneur en humidité du produit de la réaction est supérieure à 8%, tandis que la teneur en acide gras est de l'ordre de 2%. Le produit  
20 ainsi obtenu, ensuite séché pendant  $^+$  90 minutes et les blocs de produit séché sont enfin soumis à un broyage énergétique pour obtenir du stéarate de magnésium sous forme de poudre.

Ce procédé connu nécessite pour obtenir  
25 du stéarate de magnésium en poudre des étapes de séchage et de broyage coûteuses. De plus, ce procédé connu ne permet pas une fabrication en continu de stéarate de magnésium.

Le demandeur a utilisé lors d'essais,  
30 des oxydes de magnésium présentant une réactivité

plus importante, (réactivité inférieure à 20 secondes) dans ce procédé connu. Les résultats de ces essais étaient négatifs puisqu'il n'a pas été possible d'obtenir une réaction sensiblement  
5 complète après plus de 20 minutes de réaction.

On connaît enfin par DD-86825 un procédé de préparation de stéarate de magnésium dans lequel on mélange, sous vide et sans apport d'énergie, 5,56 kg d'acide stéarique et 500g  
10 d'oxyde de magnésium.

La température du mélange atteignait 50°C, après 12 minutes et 73°C après 18 minutes. La réaction était terminée après 20 minutes. Le produit de réaction était un stéarate de magnésium  
15 avec une teneur en oxyde de magnésium de 7 à 8%, une teneur en acide stéarique de 1,35% et une teneur en eau de l'ordre de 0,2%.

Ce procédé ne permet pas la préparation de stéarate de magnésium conforme à la pharmacopée puisque le taux de conversion de l'oxyde de magnésium n'est que d'environ 90%, c'est-à-dire que  
20 la réaction est incomplète.

Ce procédé présente de plus l'inconvénient de ne pas pouvoir être effectué en continu puisqu'il y a lieu de mélanger intimement  
25 et de la façon la plus homogène possible des particules solides d'acide stéarique et des particules solides d'oxyde de magnésium.

La présente invention a pour objet un procédé de préparation de mono ou dialkanoate, à  
30 plus de 5 atomes de carbone, de magnésium dans lequel on fait réagir de l'oxyde et/ou de l'hydroxyde de magnésium avec un ou plusieurs acides carboxyliques possédant plus de 5 atomes de  
35 carbone en présence d'eau, procédé permettant une

conversion d'au moins 95 %, de préférence d'au moins 97 %, du MgO et/ou Mg(OH)<sub>2</sub>, en alcanoate de magnésium, après un temps de réaction de moins de 5 minutes, de préférence d'environ 3 minutes.

5 De plus, la réaction du procédé selon l'invention peut, si requis, être effectuée en continu, ceci réduisant en conséquence les investissements de l'installation de fabrication et ceci facilitant le contrôle de la réaction.

10 Dans le procédé suivant l'invention, on prépare dans une première étape un mélange d'acide(s) carboxylique et d'oxyde et/ou d'hydroxyde de magnésium porté à une température telle qu'au moins 80 % de l'acide soit sous forme fondue, l'oxyde et/ou hydroxyde de  
15 magnésium dudit mélange présentant une réactivité inférieure ou égale à 20 secondes selon la méthode qui sera décrite plus loin, et on ajoute, dans une deuxième étape, audit mélange de l'eau.

Le demandeur a remarqué qu'un ou des acide(s)  
20 carboxylique à plus de 5 atomes de carbone dont plus de 80 % est sous forme fondue et de l'oxyde et/ou de l'hydroxyde de magnésium ne réagissent pas si l'oxyde et/ou l'hydroxyde de magnésium présentait une haute réactivité, réactivité inférieure à 20 secondes et  
25 en absence d'eau.

De façon avantageuse, on utilise dans le procédé suivant l'invention de l'oxyde de magnésium présentant une réactivité inférieure à 16 secondes, par exemple comprise entre 10 et 15 secondes.

30 Un tel oxyde de magnésium peut être obtenu par cuisson de carbonate de magnésium à basse température, par exemple à une température de 600 à 700°C.

De façon avantageuse, on porte lors de la première étape, le mélange d'acide(s) carboxylique(s) et d'oxyde et/ou d'hydroxyde de magnésium, à une température telle que sensiblement tout l'acide ou tous les acides carboxylique(s) soient fondus.

Dans une forme de réalisation avantageuse, dans la deuxième étape, on ajoute une quantité d'eau telle que la teneur en eau du mélange au début de la réaction est au moins de 3%. De façon avantageuse, la quantité d'eau ajoutée est telle que la teneur en eau du mélange au début de la réaction est de 5 à 15%.

Selon une particularité d'une forme de réalisation, dans la première étape on soumet le mélange à une agitation de manière à avoir un mélange sensiblement homogène.

Dans une forme de réalisation, on fait réagir une quantité d'oxyde et/ou d'hydroxyde de magnésium avec de l'acide ou des acides carboxylique en  $C_5^+$  telle que le rapport molaire oxyde et/ou hydroxyde de magnésium/acide ou acides carboxyliques en  $C_5^+$  soit supérieur à 0,5 en début de réaction.

Dans une autre forme de réalisation, on fait réagir de l'oxyde de magnésium et/ou de l'hydroxyde de magnésium avec de l'acide ou des acides carboxyliques en  $C_5^+$  en présence d'une quantité d'eau telle qu'en fin de réaction, le produit de réaction contient moins de 10% en eau, de préférence moins de 2%, de sorte que le produit de réaction peut ne pas subir de séchage avant d'être broyé. De plus, le produit de réaction se trouve sous forme de petits agglomérats aisément broyables.

Dans des formes de réalisation particulières, dans la deuxième étape du procédé suivant l'invention, on ajoute au mélange de l'eau et un agent de réactivité (acide formique, acide maléique, acide acétique ou un mélange de ceux-ci).

D'autres particularités et détails de l'invention ressortiront de la description détaillée suivante de procédés de préparation de mono ou dialkanoate de magnésium donnés à titre d'exemples uniquement.

A. Mesure de la réactivité de l'oxyde de magnésium

La réactivité de l'oxyde de magnésium a été mesurée de la manière suivante :

On a préparé une solution d'acide citrique 0,4N en dissolvant 141g d'acide citrique et 1,25g de benzoate de sodium dans de l'eau déminéralisée, en ajoutant 10 ml de phénolphtaleine et en complétant le mélange avec de l'eau déminéralisée pour obtenir 5000 ml. La solution ainsi obtenue est ensuite titrée avec du NaOH.

On a prélevé 50 ml de cette solution, on a porté cette solution à 30°C et on a ajouté à cette solution 1g d'oxyde de magnésium. Cinq secondes après l'ajout de l'oxyde de magnésium, on a soumis le mélange à une agitation.

La réactivité de l'oxyde de magnésium est mesurée par le temps s'écoulant entre l'ajout de l'oxyde à la solution et le virage au rose de la solution (indicateur).

B. Exemples de préparation de stéarate de magnésium

Exemple n° 1

5                    Dans cet exemple on a utilisé un oxyde  
de magnésium présentant une réactivité de 15  
secondes. On a mélangé 35 g dudit oxyde de  
magnésium à 350 g d'acide stéarique fondu. La  
température du mélange était de 60°C. Aucune  
10 réaction n'a été observée dans ledit mélange tant  
que de l'eau n'était pas ajoutée au mélange.

La quantité d'eau ajoutée au mélange  
était de 30 g.

15 Dès que l'eau était ajoutée, la réaction  
exothermique de formation de stéarate de magnésium  
débutait. Après trois minutes, la réaction était  
terminée. Le stéarate de magnésium ainsi préparé  
avait une teneur en acides gras libres inférieure à  
0,5% et une teneur en humidité de l'ordre de 0,3%.

20

Exemples 2 à 7

25 Dans ces exemples, on a préparé du  
stéarate de magnésium de la manière décrite dans  
l'exemple 1 si ce n'est qu'on a fait varier la  
température de réaction (T) et/ou la quantité d'eau  
ajoutée (Z).

30 La tableau suivant donne pour ces  
exemples le temps de réaction (t), la teneur en  
acides gras libres en % (%AGL) et la teneur en  
humidité (%H<sub>2</sub>O) du stéarate de magnésium préparé.

TABLEAU 1

Exemple	2	3	4	5	6	7
T (°C)	60	65	65	70	75	80
Z(g)	40	30	40	30	30	30
% AGL	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5
% H <sub>2</sub> O	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2	0,3
t (s)	120	170	110	150	140	120

## Exemples 8 à 18

Dans ces exemples, on a préparé du stéarate de magnésium de la manière décrite dans l'exemple 1, si ce n'est qu'on a utilisé un oxyde de magnésium de réactivité (R) différente et qu'on a fait varier la température de la réaction (T).

Le tableau suivant donne pour ces exemples de préparation, la réactivité (en secondes) de l'oxyde de magnésium utilisé, la température de la réaction, la teneur en acides gras libres (% AGL) et la teneur en humidité (% H<sub>2</sub>O) du stéarate de magnésium préparé et enfin le temps de réaction.

TABLEAU 2

Exemple	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Réactivité	20	20	30	30	30	40	40	40	50	50	50
T (°C)	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80
% AGL	1,5	1	X	X	X	X	X	X	X	X	X
% H <sub>2</sub> O	0,8	0,5	X	X	X	X	X	X	X	X	X
temps (minutes)	5	4	X	X	X	X	X	X	X	X	X

X = Conversion insuffisante.

## Exemples 19 à 30

On a répété l'exemple 1 si ce n'est  
qu'on a maintenu la température de réaction à 70°C,  
5 et qu'on a utilisé une quantité différente  
d'oxyde de magnésium [rapport A = 100 x (oxyde de  
magnésium/acide stéarique) ; rapport A différent de  
10].

Le tableau suivant donne la réactivité  
10 de l'oxyde de magnésium utilisé, le rapport (A),  
la teneur en acides gras libres (% AGL) du stéarate  
de magnésium, la teneur en humidité (%H<sub>2</sub>O) du  
stéarate de magnésium et le temps de réaction t  
en secondes.

15

TABLEAU 3

Exemple	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Réactivité	14	16	13	15	16	14	13	16	14	15	13	16
A	8	8	8	8,5	8,5	8,5	9	9	9	9,5	9,5	9,5
% AGL	3,8	4,1	3,6	2,7	2,5	2,1	1,6	1,9	1,7	1,2	0,9	1,1
% H <sub>2</sub> O	0,9	1,2	0,7	0,4	0,6	0,5	0,5	0,6	0,5	0,6	0,4	0,4
temps (sec)	240	300	210	180	190	170	160	190	170	160	140	150

Des exemples 1 à 30, on peut en déduire que des conditions opératoires optimales pour la préparation de stéarate de magnésium selon le procédé suivant l'invention sont :

- 5
- \*  $60^{\circ} \text{C} < T < 70^{\circ} \text{C}$
  - \* réactivité de l'oxyde de magnésium  $< 20 \text{ s}$ , de préférence comprise entre 14 et 16 s
  - \*  $(\text{masse de MgO}/\text{masse d'acide stéarique}) \times 100 > 8,5$
  - 10 \* quantité d'eau et/ou d'agent de réactivité est de 7,5 à 8% en masse du mélange initial.

Ces conditions optimales permettent de préparer avec un coefficient d'expansion de la réaction contrôlable et avec un temps de réaction

15 de l'ordre de 3 minutes du stéarate de magnésium qui, en fin de réaction a une teneur en acides gras libres inférieure à 2% et une teneur en humidité inférieure à 0,5%.

20 Exemple 31

Dans un premier batch de  $1 \text{ m}^3$ , on a mélangé de l'acide stéarique fondu à  $60^{\circ} \text{C}$  et l'oxyde de magnésium réactif dans les conditions et proportions de l'exemple 1. On dispose, en outre,

25 d'un second batch de 200 l d'eau. Les deux constituants sont pompés simultanément à raison de 500 l/h pour le premier batch et de 35 l/h pour l'eau. Le mélange est réceptionné sur une bande transporteuse ou une installation industrielle

30 similaire, compatible avec le coefficient d'expansion de la réaction et permettant son évolution. La fin de bande est utilisée pour refroidir par ventilation le produit expansé. Le produit de réaction est finalement déversé dans un

35 système de broyage.

Le stéarate de magnésium préparé ainsi en continu présentait les caractéristiques suivantes :

- \* % AGL < 2
- \* % H<sub>2</sub>O = 0,5

5           La présente invention a donc pour objet un nouveau procédé. Grâce à des formes d'exécution de ce nouveau procédé, il est possible d'obtenir du stéarate de magnésium présentant une teneur en acides gras libres inférieure à 1 % (voir exemples 8 et 29), voire à 0,5 %  
10 (voir exemples 1 à 7).

La présente invention a donc également pour objet un stéarate de magnésium présentant une teneur en acides gras libres inférieure à 1 %, de préférence inférieure à 0,5 %.

REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation de mono ou dialcanoate, à plus de 5 atomes de carbone, de magnésium dans lequel on fait réagir de l'oxyde et/ou de l'hydroxyde de magnésium avec un ou plusieurs acides carboxyliques possédant plus de 5 atomes de carbone en présence d'eau, caractérisé en ce qu'on prépare dans une première étape un mélange d'acide(s) carboxylique et d'oxyde et/ou d'hydroxyde de magnésium porté à une température telle qu'au moins 80 % de l'acide soit sous forme fondue, l'oxyde et/ou l'hydroxyde de magnésium dudit mélange présentant une réactivité inférieure ou égale à 20 secondes, de préférence inférieure à 20 secondes, et en ce qu'on ajoute, dans une deuxième étape, audit mélange de l'eau.
2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise de l'oxyde de magnésium présentant une réactivité inférieure à environ 16.
3. Procédé suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on porte, lors de la première étape, le mélange d'acide(s) carboxylique et d'oxyde et/ou d'hydroxyde de magnésium à une température telle que sensiblement tout l'acide ou les acides carboxylique soient fondus.

4. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que, dans la deuxième étape, on ajoute une quantité d'eau au mélange telle que la teneur en eau du mélange au début de la réaction est d'au moins 3%.

5. Procédé suivant la revendication 4, caractérisé en ce que ladite quantité d'eau ajoutée est telle que la teneur en eau du mélange au début de la réaction est de 5 à 15%.

6. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que, dans la première étape, on soumet le mélange à une agitation de manière à avoir un mélange sensiblement homogène.

7. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que on fait réagir une quantité d'oxyde et/ou d'hydroxyde de magnésium avec de l'acide ou des acides carboxylique en  $C_5^+$  telle que le rapport molaire oxyde et/ou hydroxyde de magnésium/acide ou acides carboxyliques en  $C_5^+$  soit supérieur à 0,5 en début de réaction.

8. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'on fait réagir de l'oxyde de magnésium et/ou de l'hydroxyde de magnésium avec de l'acide ou des acides carboxyliques en  $C_5^+$  en présence d'une quantité d'eau telle qu'en fin de réaction, le produit de réaction contient moins de 5% en eau.

9. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'on fait réagir de l'oxyde de magnésium avec de l'acide stéarique.

5 10. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'on ajoute en continu, à un débit de mélange, de l'eau et en ce qu'on laisse réagir le mélange réactionnel de manière à lui permettre une expansion d'au moins 5.

10 11. Stéarate de magnésium susceptible d'être préparé par le procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'il présente une teneur en acides gras libres inférieure à 1 %.

15 12. Stéarate de magnésium susceptible d'être préparé par le procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce qu'il présente une teneur en acides gras libres inférieure à 0,5 %.

20

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/BE 94/00043

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
IPC 6 C07C53/126 C07C51/41

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 6 C07C

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)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 9, no. 17 (C-262) (1740) 24 January 1985 & JP,A,59 167 535 (NIHON KAGAKU SANGYO K.K.) 21 September 1984 see abstract ---	1-12
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 13, no. 72 (C-570) (3420) 17 February 1989 & JP,A,63 264 547 (ASAHI DENKA KOGYO K.K.) 1 November 1988 see abstract ---	1-12
	-/--	

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

28 September 1994

Date of mailing of the international search report

- 4. 10. 94

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) 340-3016

Authorized officer

Klag, M

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/BE 94/00043

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	FR,A,2 261 335 (THE NORAC COMPANY, INC.) 12 September 1975 see page 4, line 22 - line 26 see page 8, line 35 - line 38 see page 10, line 25 - line 29 see claims 1,2,8-10 -----	1-12

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/BE 94/00043

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR-A-2261335	12-09-75	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De l'Organisation Internationale No  
PCT/BE 94/00043

<p>A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE CIB 6 C07C53/126 C07C51/41</p>		
<p>Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB</p>		
<p>B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE</p>		
<p>Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) CIB 6 C07C</p>		
<p>Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche</p>		
<p>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)</p>		
<p>C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS</p>		
Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	<p>PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 9, no. 17 (C-262) (1740) 24 Janvier 1985 &amp; JP,A,59 167 535 (NIHON KAGAKU SANGYO K.K.) 21 Septembre 1984 voir abrégé</p> <p style="text-align: center;">---</p>	1-12
Y	<p>PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 13, no. 72 (C-570) (3420) 17 Février 1989 &amp; JP,A,63 264 547 (ASAHI DENKA KOGYO K.K.) 1 Novembre 1988 voir abrégé</p> <p style="text-align: center;">---</p> <p style="text-align: center;">-/--</p>	1-12
<p><input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents <span style="margin-left: 150px;"><input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe</span></p>		
<p>° Catégories spéciales de documents cités:</p> <p>"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</p> <p>"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date</p> <p>"I" 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)</p> <p>"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens</p> <p>"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée</p> <p>"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</p> <p>"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</p> <p>"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</p> <p>"&amp;" document qui fait partie de la même famille de brevets</p>		
<p>Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée</p> <p style="text-align: center;">28 Septembre 1994</p>		<p>Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale</p> <p style="text-align: center;">- 4. 10. 94</p>
<p>Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale</p> <p style="text-align: center;">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</p>		<p>Fonctionnaire autorisé</p> <p style="text-align: center;">Klag, M</p>

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dep. No Internationale No

PCT/BE 94/00043

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	FR,A,2 261 335 (THE NORAC COMPANY, INC.) 12 Septembre 1975 voir page 4, ligne 22 - ligne 26 voir page 8, ligne 35 - ligne 38 voir page 10, ligne 25 - ligne 29 voir revendications 1,2,8-10 -----	1-12

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Der e Internationale No

PCT/BE 94/00043

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR-A-2261335	12-09-75	AUCUN	