

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 28.04.17.

③③ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 02.11.18 Bulletin 18/44.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥③ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

☐ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : AHLSTROM-MUNKSJO OYJ — FI.

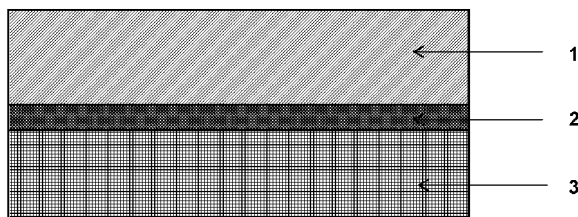
⑦② Inventeur(s) : VIDAL FLORENCE, ROUX MIREILLE,
PLANCHARD HERVE et BLANC PATRICE.

⑦③ Titulaire(s) : AHLSTROM-MUNKSJO OYJ.

⑦④ Mandataire(s) : CABINET LAURENT ET CHARRAS.

⑤④ **OPERCULE COMPOSTABLE COMPORTANT UNE COUCHE BARRIÈRE A L'OXYGENE DESTINE A OBTURER
UNE CAPSULE ET CAPSULE OBTUREE PAR L'OPERCULE.**

⑤⑦ Opercule compostable destiné à obturer une capsule
contenant du café notamment, constitué d'un complexe
multicouche comprenant au moins:
- un non tissé dont les fibres comprennent au moins 50
% en poids de fibres biodégradables,
- un support constitué d'un papier sulfurisé,
- au moins une couche barrière à l'oxygène.



OPERCULE COMPOSTABLE COMPORTANT UNE COUCHE BARRIERE A L'OXYGENE DESTINE A OBTURER UNE CAPSULE ET CAPSULE OBTUREE PAR L'OPERCULE

5 DOMAINE DE L'INVENTION

L'invention concerne un opercule, comportant une couche barrière à l'oxygène, destiné à obturer une capsule, notamment de café. L'invention a également pour objet une capsule obturée par ledit opercule. Elle concerne enfin l'utilisation de cet opercule pour
10 l'obturation d'une capsule contenant une denrée alimentaire, en particulier du café moulu.

Dans la suite de la description, l'invention est décrite en relation avec des capsules de café. Néanmoins, elle trouve une application pour tous les domaines pour lesquels l'opercule est susceptible de renfermer des substances alimentaires et doit être barrière à
15 l'oxygène, résistant à l'eau, à la pression, à la déchirure et avantageusement thermoscellable sur une capsule ou tout autre contenant alimentaire.

ETAT ANTERIEUR DE LA TECHNIQUE

- 20 Deux types de dosettes à café sont actuellement proposés sur le marché à savoir :
- des dosettes souples dénommées également « pods » constituées pour l'essentiel d'un sachet en non tissé comprenant le café,
 - des dosettes rigides ou capsules constituées d'une capsule proprement dite fermée au moyen d'un opercule.

25

L'invention concerne spécifiquement les capsules.

On connaît largement sur le marché européen les capsules du type Nespresso[®], dont la partie capsule proprement dite et le couvercle sont pour l'essentiel constitués d'aluminium.

- 30 Il existe également des capsules dont le couvercle est fabriqué en matière plastique.

Il y a cependant une forte demande pour transformer ces capsules non compostables en capsules compostables.

- 35 Quelques rares solutions ont été proposées concernant la partie capsule proprement dite. Ainsi, des capsules constituées de matières plastiques à base d'acide polylactique (PLA) ou de matières plastiques dites « PLA compatibles » ont été développées. Les matières dites « PLA compatibles » correspondent à un mélange de PLA et de fibres végétales. Elles sont biodégradables et compostables. Ainsi, ces capsules remplissent les conditions

de compostabilité imposées par la norme EN 13432.

En revanche, il est plus compliqué d'obtenir un opercule compostable tant les contraintes liées au couvercle ou opercule sont nombreuses. En effet, ces capsules sont susceptibles
5 d'être utilisées dans des machines à café à des valeurs de pression et de température auxquelles elles doivent être mécaniquement résistantes.

Pour l'essentiel, la mise en œuvre des capsules dans une machine à café à dosettes ou capsules individuelles se fait selon le processus suivant. Le fond de la capsule, une fois la
10 capsule mise en place dans son emplacement est percuté. Les orifices formés permettent l'introduction de l'eau chauffée à une température de 96 °C dans le corps de la capsule à une pression comprise entre 10 et 12 bars. L'eau remplissant la capsule exerce progressivement une pression sur l'opercule qui vient au contact d'éléments de perçage agencés dans la machine, du type picots. La pression au moment de la perforation de
15 l'opercule et lors de la percolation est comprise, le plus souvent, entre 5 et 15 bars en fonction de la granulométrie du café. Une fois l'opercule percé à la forme des picots, le café s'écoule dans la tasse. Les constructeurs imposent un certain nombre de conditions en termes d'écoulement du café. En particulier, la poudre ne doit pas se retrouver dans la tasse. Par ailleurs, une dosette d'environ 30 ml doit s'écouler en environ 30 secondes. En
20 outre, le liquide en cours d'écoulement doit présenter une couleur et une densité s'apparentant à celle de la mousse. Il existe également un certain nombre de contraintes une fois le café coulé alors même que la capsule n'a pas encore été éjectée. En effet, dans l'hypothèse où l'utilisateur n'éjecte la capsule que quelques heures après que le café ait coulé, c'est-à-dire une fois la température de la capsule revenue à la température
25 ambiante, il ne faut pas que la capsule soit déformée. A défaut, elle ne tombe pas dans le réceptacle prévu à cet effet lors de l'introduction d'une nouvelle capsule. Il ne faut pas non plus que l'opercule se délamine.

En d'autres termes, il est nécessaire de disposer d'un opercule compostable, qui soit
30 résistant à l'humidité et à la pression de manière à ne pas se déchirer que ce soit avant ou au moment du perçage. Il est également nécessaire de prévoir un opercule qui ne laisse pas passer la poudre lorsque le café s'écoule.

Le document FR 2 991 230 A1 décrit un complexe multicouche combinant un non-tissé à
35 base de polymères biodégradables, une couche d'adhésif apte au contact alimentaire et un support à base de fibres cellulosiques, pour la fabrication de moules. Les moules ainsi obtenus présentent la propriété de résister à l'humidité provenant des aliments de sorte que leurs bords ne s'affaissent pas une fois mis en forme. Naturellement, aucune

condition de pression n'est mentionnée puisqu'il ne s'agit pas d'un paramètre à prendre en compte pour cette application.

5 La demande FR 16/53909 au nom du Demandeur décrit un opercule compostable destiné à obturer une capsule contenant du café notamment, constitué d'un complexe multicouche combinant un non-tissé à base de fibres d'acide polylactique avec un support constitué d'un papier sulfurisé.

10 Bien que cet opercule donne satisfaction en terme de compostabilité et propriété mécanique, il n'est pas imperméable à l'air et de l'oxygène peut entrer en contact avec le café à l'intérieur de la capsule. Ceci est préjudiciable car le café se conserve moins longtemps.

15 Le problème que se propose de résoudre l'invention est donc celui de mettre au point un opercule compostable pour l'obturation d'une capsule, en particulier une capsule contenant du café qui réponde aux conditions d'utilisation de ce type d'opercules dans les machines à café, notamment les machines à café à dosettes ou capsules individuelles, en particulier la résistance à l'humidité, la résistance à la pression exercée par le mélange de poudre et d'eau de l'ordre de 5 à 15 bars au moment de la perforation de l'opercule et lors
20 de la percolation, l'absence de délamination, les propriétés filtres interdisant le passage du café dans la tasse au moment de la percolation et qui soit en plus, barrière à l'oxygène.

Un autre problème que ce se propose de résoudre l'invention est également celui de mettre au point un opercule qui puisse s'intégrer dans les chaines de fabrication actuelles
25 de capsules sans modification substantielles desdites chaines.

EXPOSE DE L'INVENTION

30 Pour ce faire, le Demandeur a mis au point un complexe compostable combinant un non tissé à base avantageusement de fibres de PLA, une couche barrière à l'oxygène et un support en papier sulfurisé. L'opercule ainsi obtenu est barrière à l'oxygène, résistant à la pression requise comprise entre 5 et 15 bars, à l'humidité et s'intègre facilement aux chaines de fabrication de capsules existantes.

35 En outre, le non tissé interdit le passage de la poudre à travers l'opercule au moment de l'écoulement du café dans la tasse et la couche barrière à l'oxygène limite le passage de l'oxygène vers le café avant l'utilisation de la capsule.

Plus précisément, l'invention a pour objet un opercule compostable destiné à obturer une capsule contenant notamment du café, constitué d'un complexe multicouche comprenant au moins :

- 5 - un non tissé dont les fibres comprennent au moins 50% en poids de fibres biodégradables,
- un support constitué d'un papier sulfurisé ;
- au moins une couche barrière à l'oxygène.

10 Dans la suite de la description et dans les revendications, par « opercule compostable », on désigne un opercule comprenant un maximum de 5% en poids de liant ou de fibres non compostables répondant ainsi à la norme EN 13432.

De même, par « capsule ou corps de capsule compostable », on désigne une capsule comprenant un maximum de 5% en poids de liant ou de fibres non compostables
15 répondant ainsi à la norme EN 13432.

Avantageusement, parmi les fibres biodégradables, au moins 40% en poids sont des fibres thermoscellables, avantageusement des fibres d'acide polylactique (PLA).

20 Dans la suite de la description et dans les revendications, par l'expression « fibres thermoscellables », on désigne des fibres biodégradables susceptibles d'assurer le scellage du non tissé sur la capsule par chauffage. Il s'agit avantageusement de fibres de PLA qui permettent le thermoscellage du non tissé sur une capsule PLA compatible.

25 Dans le cadre de la présente invention, on considère qu'un opercule est satisfaisant en matière de propriétés barrière à l'oxygène lorsque le taux de transfert de l'oxygène à travers l'opercule est inférieur ou égal à $1,5 \text{ cm}^3/\text{m}^2/\text{jour}$, mesuré selon les normes ASTM D 3985 et ASTM F 1927.

30 De même, on considère qu'un opercule est satisfaisant en matière de résistance à la pression lorsque l'opercule ne se déchire pas lorsqu'il est soumis à une pression exercée par le mélange de poudre et d'eau comprise entre 5 et 15 bars au moment de la perforation de l'opercule et lors de la percolation. Avant la perforation, l'opercule ne doit pas se déchirer sous l'effet de la pression de l'eau augmentant dans la capsule. Après
35 perforation, les trous issus de la perforation ne doivent pas se déchirer et ainsi s'agrandir sous l'effet de la pression, de manière d'une part à ne pas laisser échapper la poudre et d'autre part à garder les caractéristiques du café en matière de mousse notamment.

Il existe plusieurs type de capsule de café et d'autres capsules sont en cours de développement et d'autres encore viendront à être développées plus tard. L'opercule selon l'invention présente l'avantage de pouvoir s'adapter facilement à tous les types de capsules connues ou venir.

5

Par exemple, on peut citer les capsules de nature semi rigide en forme tronconique décrite dans les brevets US 7 658 141 et US 7 153 530. On peut également citer le brevet US 8 956 672 qui divulgue une capsule en forme de tasse inversée. Le brevet EP 2 690 035 divulgue une capsule de forme tronconique dont la base est perforée. Le brevet EP 10 2 648 579 décrit quant à lui une capsule de forme tronconique dont la base la plus petite est concave vu de l'extérieur. On peut également citer les brevets EP 1 344 722 et US 7 543 527 qui divulgue une capsule comprenant notamment un disque de distribution. On peut citer le document EP1659909A1 qui décrit une capsule comportant une buse d'injection intégrée. On peut aussi faire référence capsules décrites dans les documents 15 US8361527, EP1529739 et US5325765.

Selon une première caractéristique, l'opercule de l'invention contient un non tissé dont les fibres comprennent au moins 50% en poids de fibres biodégradables.

20 Les fibres biodégradables sont de préférence choisies dans le groupe comprenant les fibres de cellulose telles que coton, lin, fibres de bois ou encore les fibres de PLA (acide polylactique), PHA (polyhydroxyalkanoate), PHB (poly(hydroxybutyrate)), PHB(V) (poly(hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate)), PBS (poly(butylenesuccinate)), biopolyesters.

25

L'acide polylactique (PLA) présente l'avantage d'être notamment biosourcé, biodégradable, et compostable. Par « PLA », on désigne l'acide polylactique, ses dérivés (type L et D ou copolymères), et leurs mélanges. Les fibres de PLA ont avantageusement un diamètre compris entre 10 et 15 micromètres.

30

Avantageusement, 40 % en poids au moins des fibres biodégradables sont des fibres thermoscellables.

De préférence, les fibres thermoscellables sont choisies dans le groupe comprenant PLA, 35 PHA (polyhydroxyalkanoate), PHB (poly(hydroxybutyrate)), PHB(V) (poly(hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate)), PBS (poly(butylenesuccinate)), biopolyesters.

Les fibres thermoscellables ont de préférence un point de fusion d'au moins 100 °C, en pratique compris entre 100 et 250 °C, de préférence compris entre 100 et 200 °C.

De manière générale, un non tissé est un matériau obtenu par arrangement aléatoire de fibres individuelles qui sont entrelacées. La cohésion des fibres entre elles peut être assurée par addition d'adhésif ou de liants (latex, alcool polyvinylique, amidon...), par chauffage, par pression, ou par aiguillage par exemple. De nombreux procédés de préparation des non tissés font partie des connaissances de l'homme du métier. Ils incluent par exemple les procédés de filage par fusion/soufflage (« meltblowing »), de filage direct ou par voie fondue (« spin laying », « spunbond »), de cardage (« carding »), de dispersion par jet d'air (« air laying »), ou de dispersion par jet d'eau (« water laying »).

Outre les fibres, le non tissé peut également comprendre des additifs, des charges minérales. L'incorporation d'additifs, de charges, ou de fibres autres que celles de PLA peut permettre de moduler le point de fusion de la couche à base de PLA.

En pratique, les fibres constitutives du non-tissé comprennent au moins 20 %, de préférence au moins 50 %, avantageusement au moins 85 %, plus préférentiellement au moins 90 % en poids de fibres de PLA, le complément à 100 % étant constitué de fibres biodégradables, avantageusement de fibres de cellulose. Le non-tissé est avantageusement fabriqué dans ce mode de réalisation par dispersion par jet d'eau (« water laying »).

Dans un mode de réalisation particulier, 100% des fibres du non tissé sont constituées de fibres thermoscellables, avantageusement de fibres de PLA. Dans ce cas, la cohésion des fibres et donc du non tissé est obtenue en l'absence d'adhésif ou de liant par un procédé de fabrication par voie fondue (« spunbond »).

Lorsqu'il contient 100% en poids de PLA, le non tissé peut être monocouche. De manière avantageuse, il peut s'agir d'un non tissé bicouche. Le bicouche peut être monocomposant c'est-à-dire ne contenir qu'un seul type de PLA ou bicomposants, c'est-à-dire contenir 2 types de PLA ayant des points de fusion différents.

Selon une autre caractéristique, la porosité du non tissé mesurée selon la norme DIN 53.887 est comprise entre 3000 to 5000 l/m²/s.

Enfin et en pratique, le grammage du non tissé est compris entre 5 et 100 g/m², avantageusement entre 10 et 30 g/m², encore plus avantageusement entre 15 et 20 g/m², de préférence de l'ordre de 18 g/m².

Selon une caractéristique essentielle de l'invention, le support est constitué d'un papier sulfurisé qualifié en langue française de « véritable ». Une description détaillée en est donnée dans l'ouvrage Mayer, Ferdinand F (May 1860). "Technical Intelligence—

- 5 Vegetable Parchment—Papyrene". The American Journal of Science and Arts. XXIX (LXXXVI): 278. Pour l'essentiel, le papier sulfurisé est un papier traité la plupart du temps à l'acide sulfurique. De manière plus rare, on peut utiliser le chlorure de zinc. Les fibres sont des fibres de cellulose choisies en général parmi les fibres d'eucalyptus et les fibres de résineux. En pratique, l'acide sulfurique dissout la cellulose autour des fibres.
- 10 Un gel de cellulose se forme, lequel est ensuite précipité. Dans une dernière étape, le support est rincé. Le traitement appliqué forme une feuille sulfurisée réticulée présentant une forte densité, forte stabilité, forte résistance à la chaleur et une faible énergie de surface lui conférant des propriétés anti adhérentes satisfaisantes.

- 15 Le support n'est donc pas un papier ingraissable haute densité ni un papier ingraissable traité chimiquement (par exemple par une résine fluorée). Le support ne contient également aucune résine procurant une résistance mécanique à l'état humide.

- Pour améliorer sa résistance à la pression, le papier sulfurisé présente un ratio éclatement
- 20 à l'état humide mesuré selon la norme ISO 3689/1994 /éclatement à sec mesuré selon la norme ISO 2758 : 2001 compris entre 50 et 70 %, de préférence compris entre 55 et 65 %.

- En pratique, le grammage du papier sulfurisé est compris entre 30 et 120 g/m²,
- 25 avantageusement entre 70 et 110 g/m².

De même, son épaisseur est en pratique comprise entre 60 et 130 micromètres.

- Selon une autre caractéristique essentielle, l'opercule contient au moins une couche
- 30 barrière à l'oxygène. La barrière à l'oxygène permet notamment une conservation plus longue dans le temps, du café contenu dans la capsule.

- Selon un premier mode de réalisation, la couche barrière à l'oxygène est positionnée entre le non tissé et le support. Ainsi, l'opercule contient successivement, en direction de la
- 35 capsule, un support, une couche barrière à l'oxygène et un non tissé.

Selon un second mode de réalisation, le non-tissé est positionné sous le support et la couche barrière à l'oxygène est positionnée sur le support. Ainsi, l'opercule contient successivement, en direction de la capsule, une couche barrière à l'oxygène, un support et un non-tissé. Chacune des couches barrière peut elle-même être constituée de plusieurs couches.

Selon un troisième mode de réalisation, l'opercule selon l'invention comprend deux couches barrière à l'oxygène.

Dans un premier cas de figure, les 2 couches barrière sont accolées l'une à l'autre et sont avantageusement positionnées entre le non tissé et le support.

Ainsi, l'opercule contient successivement, en direction de la capsule, le support, deux couches barrière à l'oxygène et le non tissé.

Dans un second cas de figure, les 2 couches barrière sont séparées et sont positionnées de part et d'autre du support. Ainsi, l'opercule contient successivement en direction de la capsule, une couche barrière à l'oxygène, un support, une seconde couche barrière à l'oxygène et un non-tissé.

Selon une autre caractéristique, les couches barrière à l'oxygène peuvent être de compositions différentes.

En pratique, la couche barrière à l'oxygène est à base d'alcool polyvinylique (PVA).

Dans un premier mode de réalisation, la couche barrière contient un mélange d'alcool polyvinylique avec une résine à base de polyamide-épichlorohydrine. De préférence, la résine à base de polyamide-épichlorohydrine est le kymène. Dans ce cas, la couche barrière à l'oxygène contient entre de 80 à 95 %, de préférence entre 85 et 90 % en poids sec de PVA, le complément à 100 % étant constitué de la résine à base de polyamide-épichlorohydrine.

Dans un second mode de réalisation, la couche barrière à l'oxygène est à base d'alcool polyvinylique dont le degré d'hydrolyse est compris entre 98 et 99 %. De même que précédemment, la couche barrière peut en outre contenir une résine à base de polyamide-épichlorohydrine dans des proportions identiques à celles ci-dessus.

Dans un troisième mode de réalisation, la couche barrière à l'oxygène est à base d'alcool polyvinylique hautement amorphe. Un exemple est le Michem® Flex Barrier 3510 commercialisé par MICHELMAN.

- 5 Dans un quatrième mode de réalisation, la couche barrière est à base d'un copolymère éthylène vinyl alcool (EVOH).

En pratique, le grammage totale de la couche barrière à l'oxygène (c'est-à-dire lorsqu'elle est constituée d'une ou deux couches, voire plus) est compris entre 0.5 g/m² et 8 g/m²,
10 avantageusement de 2 à 5 g/m².

En pratique, la couche barrière à l'oxygène est appliquée sur le support, par enduction. Lorsque le support est traité avec deux couches barrière, il est enduit successivement de deux couches distinctes.

15 Avantageusement, l'opercule contient en outre au moins une couche adhésive, de préférence apte au contact alimentaire.

En fonction des modes de réalisation précédemment exposés, la couche adhésive est
20 appliquée entre la couche barrière à l'oxygène et le non-tissé ou le support et le non-tissé.

L'adhésif permet notamment d'assurer la cohésion du complexe multicouche lorsque celui-ci est exposé à une température proche ou supérieure à celle de fusion du PLA lors du thermoscellage de l'opercule sur la capsule. L'adhésif permet également de maintenir
25 le support sulfurisé, ou le cas échéant, le complexe support sulfurisé / couche barrière à l'oxygène, sur la couche de PLA soudée à la capsule lorsque le complexe multicouche est au contact de l'eau chaude lors de la percolation, puis lors du refroidissement.

Par le terme « adhésif apte au contact alimentaire », on désigne tout type d'adhésif
30 généralement utilisé dans l'industrie agroalimentaire. Toutefois, de manière avantageuse, il peut être choisi dans le groupe comprenant les adhésifs acryliques, les adhésifs polyuréthanes, les éthylènes acétate de vinyle, et leurs mélanges.

Dans un mode de réalisation préféré, l'adhésif apte au contact alimentaire est choisi parmi
35 les adhésifs acryliques commercialisés par Lubrizol dans les gammes Carbobond® et Hycar®, seuls ou en mélange.

La quantité d'adhésif représente en pratique entre 1 et 5 g/m² en sec, avantageusement entre 2 et 4 g/m² en sec, de préférence de l'ordre de 3 g/ m² en sec par rapport à la surface du complexe multicouche.

- 5 L'épaisseur du complexe multicouche objet de l'invention est avantageusement comprise entre 60 et 150, de préférence entre 90 et 110 micromètres.

Selon une autre caractéristique, l'opercule de l'invention peut être perforé.

- 10 L'invention a également pour objet une capsule de café notamment, comprenant une capsule proprement dite désignée également « corps de capsule » contenant du café moulu fermée avec l'opercule tel que décrit ci avant, l'opercule étant positionné de sorte à ce que le non tissé soit en regard de la bordure de la capsule.

- 15 En pratique, la capsule contient de 5 à 20 grammes de café moulu. L'épaisseur du lit de café est comprise entre 10 et 40 mm et le diamètre de la capsule est compris entre 2.5 et 6 cm.

- 20 Dans un mode de réalisation préférée, le corps de capsule est en PLA ou en un matériau PLA compatible. Cela présente l'avantage de pouvoir solidariser l'opercule sur le corps de capsule par scellage, thermoscellage, collage, etc. dans la mesure où les matériaux sont compatibles (PLA ou PLA compatible).

- 25 Le corps de capsule est avantageusement compostable selon la norme EN 13432 précitée.

La capsule comprenant le corps de capsule et l'opercule est de préférence utilisée dans une machine à café à dosettes ou capsules individuelles.

- 30 L'invention concerne également l'utilisation de l'opercule précédemment décrit pour l'obturation d'une capsule, en particulier une capsule de café, l'opercule étant positionné de sorte à ce que le non tissé soit en regard de la bordure de la capsule.

- 35 L'invention et les avantages qui en découlent ressortiront mieux des figures et des exemples suivant donnés afin d'illustrer l'invention et non de manière limitative.

DESCRIPTION DES FIGURES

La figure 1 illustre un premier mode de réalisation de l'opercule objet de la présente invention.

5

La figure 2 illustre un second mode de réalisation de l'opercule objet de la présente invention.

La figure 3 illustre un troisième mode de réalisation de l'opercule objet de la présente invention.

10

La figure 4 illustre un quatrième mode de réalisation de l'opercule objet de la présente invention.

15

EXEMPLES DE REALISATION DE L'INVENTION

Exemples de structures selon l'invention

Sur la figure 1, est représenté un opercule sous la forme d'un complexe multicouche comprenant successivement :

20

- un support (1) en papier sulfurisé ;
- une couche barrière à l'oxygène (2) ;
- un non tissé (3) comprenant 100 % en poids de fibres constituées de PLA.

Sur la figure 2, l'opercule est sous la forme d'un complexe multicouche comprenant successivement :

25

- une couche barrière à l'oxygène (2) ;
- un support (1) ;
- un non-tissé (3).

30

Sur la figure 3, l'opercule est sous la forme d'un complexe multicouche comprenant successivement :

- une couche barrière à l'oxygène (2) ;
- un support (1) ;

35

- une seconde couche barrière à l'oxygène (2) ;
- un non-tissé (3).

Sur la figure 4, l'opercule est sous la forme d'un complexe multicouche comprenant successivement :

- un support (1) ;
- une couche barrière à l'oxygène (2) ;
- 5 - une seconde couche barrière à l'oxygène (2) ;
- un non-tissé (3).

10 **Exemples d'opercule selon l'invention**

Les exemples 1 à 7 illustrent plusieurs configurations d'opercules selon l'invention.

15 Dans tous les exemples, le non tissé est un bicouche formé exclusivement de fibres de PLA. Il s'agit d'un bicouche mono composant de grammage 18 g/m^2 .

20 De même, dans tous les exemples, le non tissé est séparé de la couche qui lui est supérieure, c'est-à-dire de la barrière à l'oxygène (figures 1, 3 ou 4) ou du support par une couche adhésive (non représentée) appliquée à raison de 3 g/m^2 en sec. L'adhésif est choisi parmi les adhésifs acryliques commercialisés par Lubrizol dans les gammes Carbobond® et Hycar®, seuls ou en mélange.

25 Le support (1) est un papier sulfurisé commercialisé par le demandeur sous le nom « Sulflex® » avec un grammage soit de 70 g/m^2 , soit de 110 g/m^2 .

3 types de couches barrière à l'oxygène sont testées :

- 100% en poids d'un primaire aqueux contenant du PVA hautement amorphe (HAVOH) à raison de 2 g/m^2 en sec: commercialisé sous la référence Michem® Flex Barrier 3510 par Michelman,
- 30 - 90% en poids sec de PVA et 10 % d'une résine à base de polyamide-épichlorohydrine (Kymene®. La couche est appliquée à raison de $2,5 \text{ g.m}^2$ en sec
- 90% en poids sec de PVA partiellement hydrolysée (Exceval®) et 10 % d'une résine à base de polyamide-épichlorohydrine (Kymene®). La couche est appliquée à raison de $2,5 \text{ g.m}^2$ en sec

35

Le taux de transfert d'oxygène a été mesuré à la pression atmosphérique (1.013 bar) à une température de 23°C avec une humidité relative de 50% selon les normes ASTM D 3985 et ASTM F 1927. Les résultats obtenus sont répertoriés dans le tableau ci-dessous.

Exemple	Structure	Grammage papier sulfuré	Barrière à l'oxygène	Taux de transfert d'oxygène (cm ³ /m ² .jour)
1	Figure 3	70	HAVOH à 2g.m ⁻²	0,47
2	Figure 4	70	HAVOH à 2g.m ⁻²	1,10
3	Figure 3	70	PVA et Kymene à 2,5 g.m ⁻²	1,14
4	Figure 4	70	PVA et Kymene à 2,5 g.m ⁻²	0,97
5	Figure 1	110	PVA et Kymene à 2,5 g.m ⁻²	0,79
6	Figure 1	70	Exceval et Kymene à 2,5 g.m ⁻²	0,75
7	Figure 1	110	Exceval et Kymene à 2,5 g.m ⁻²	0,74

- On vérifie ensuite la résistance à la pression de l'opercule. Pour ce faire, on place la capsule dans une machine Nespresso® Pixie et on suit la montée en pression durant toute la durée de la percolation. La pression est comprise entre 5 et 15 bars en fonction de la granulométrie du café contenu dans la capsule. Aucun des opercules testés ne se déchire sous l'effet de la pression.

REVENDEICATIONS

1. Opercule compostable destiné à obturer une capsule contenant du café notamment, constitué d'un complexe multicouche comprenant au moins :
 - un non tissé dont les fibres comprennent au moins 50 % en poids de fibres biodégradables,
 - un support constitué d'un papier sulfurisé,
 - au moins une couche barrière à l'oxygène.
2. Opercule selon la revendication 1, caractérisé en ce que 40 % en poids au moins des fibres biodégradables sont des fibres thermoscellables.
3. Opercule selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les fibres biodégradables sont choisies dans le groupe comprenant les fibres de cellulose telles que coton, lin, fibres de bois ou encore les fibres de PLA, PHA (polyhydroxyalkanoate), PHB (poly(hydroxybutyrate)), PHB(V) (poly(hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate)), PBS (poly(butylenesuccinate)), biopolyesters.
4. Opercule selon l'une des revendications 2 ou 3, caractérisé en ce que les fibres thermoscellables sont choisies dans le groupe comprenant PLA PHA (polyhydroxyalkanoate), PHB (poly(hydroxybutyrate)), PHB(V) (poly(hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate)), PBS (poly(butylenesuccinate)), biopolyesters.
5. Opercule selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les fibres constitutives du non-tissé comprennent au moins 50 %, avantageusement au moins 85 %, plus préférentiellement au moins 90 % en poids de fibres de PLA, le complément à 100% en poids étant constitué de fibres biodégradables.
6. Opercule selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que les fibres constitutives du non-tissé comprennent 100 % en poids de fibres de PLA.
7. Opercule selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le papier sulfurisé présente un ratio éclatement à l'état humide mesuré selon la norme ISO 3689/1994 /éclatement à sec mesuré selon la norme ISO 2758 : 2001 compris entre 50 et 70 %.

8. Opercule selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le grammage du papier sulfurisé est compris entre 30 et 120 g/m², avantageusement entre 70 et 110 g/m².
- 5 9. Opercule selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la couche barrière à l'oxygène est positionnée entre le non tissé et le support.
- 10 10. Opercule selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que le non-tissé est positionné sous le support et la couche barrière à l'oxygène est positionnée sur le support.
11. Opercule selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comprend deux couches barrière à l'oxygène.
- 15 12. Opercule selon la revendication 11, caractérisé en ce que les 2 couches barrière sont accolées l'une à l'autre et sont positionnées entre le non tissé et le support.
- 20 13. Opercule selon la revendication 11, caractérisé en ce que les 2 couches barrière sont séparées et sont positionnées de part et d'autre du support.
- 25 14. Opercule selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la couche barrière à l'oxygène est à base d'alcool polyvinylique ou contient un mélange d'alcool polyvinylique avec une résine à base de polyamide-épichlorohydrine.
- 30 15. Opercule selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le grammage total de la couche barrière à l'oxygène est compris entre 0.5 g/m² et 8 g/m², avantageusement entre 2 et 5 g/m².
- 35 16. Opercule selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il contient en outre une couche adhésive appliquée entre la couche barrière à l'oxygène et le non-tissé.
17. Opercule selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il présente une résistance à la pression comprise entre 5 et 15 bars.

18. Capsule de café notamment comprenant un corps de capsule, fermé avec l'opercule selon l'une des revendications 1 à 17, l'opercule étant positionné de sorte à ce que le non tissé soit en regard de la bordure du corps de capsule.
- 5 19. Capsule selon la revendication 18, caractérisée en ce qu'elle contient de 5 à 20 grammes de café moulu, présente une épaisseur du lit de café comprise entre 10 et 40 mm et un diamètre compris entre 2.5 et 6 cm.
- 10 20. Utilisation de l'opercule selon l'une des revendications 1 à 17 pour l'obturation d'une capsule, l'opercule étant positionné de sorte à ce que le non tissé soit en regard de la bordure du corps de capsule.

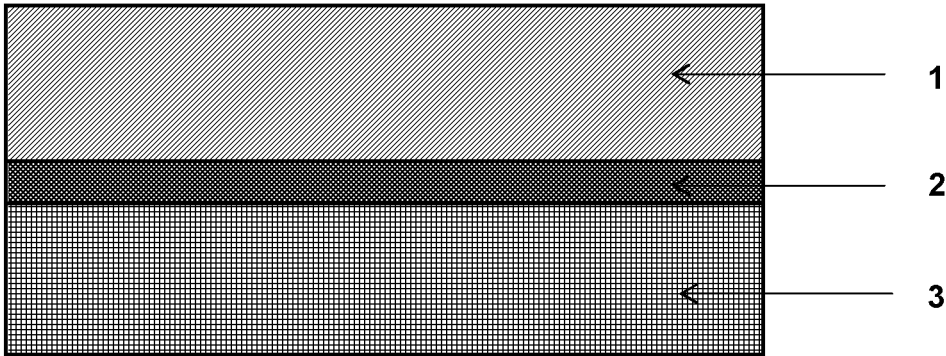


Figure 1



Figure 2

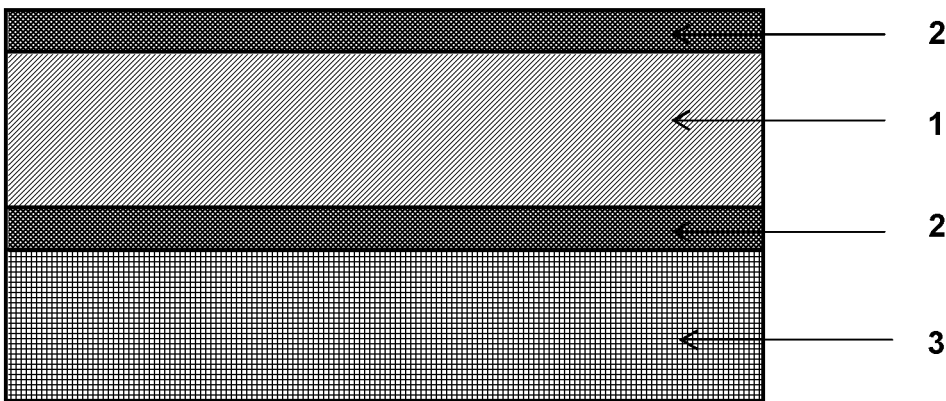


Figure 3

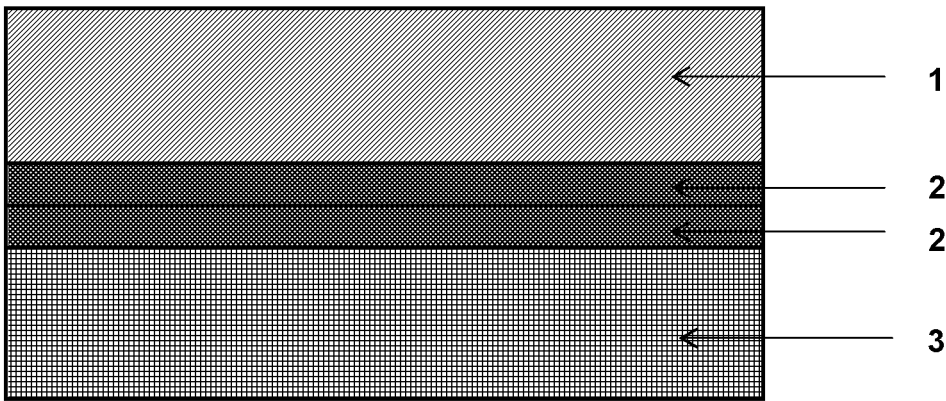


Figure 4



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 840258
FR 1753723

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y	WO 2011/015973 A1 (ETHICAL COFFEE COMPANY SA [CH]; MARILLER ALAIN [CH]; GAILLARD JEAN-PAU) 10 février 2011 (2011-02-10) * revendications; figures * * page 2, ligne 12 - ligne 19 * -----	1-20	B65D85/804 B32B27/02
A,D	FR 2 991 230 A1 (AHLSTROEM OY [FI]) 6 décembre 2013 (2013-12-06) * revendications; figures * -----	1-20	
A	WO 2014/126463 A1 (KONINKL DOUWE EGBERTS BV [NL]) 21 août 2014 (2014-08-21) * revendications; figures * -----	1-20	
Y	DATABASE WPI Week 200439 Thomson Scientific, London, GB; AN 2004-414013 XP002775302, & JP 2004 099053 A (DAINIPPON PRINTING CO LTD) 2 avril 2004 (2004-04-02) * abrégé * -----	1-20	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			B32B B65D
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
6 novembre 2017		Mazet, Jean-François	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1753723 FA 840258

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **06-11-2017**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)			Date de publication
WO 2011015973	A1	10-02-2011	AUCUN			

FR 2991230	A1	06-12-2013	EP	2841263	A1	04-03-2015
			ES	2599394	T3	01-02-2017
			FR	2991230	A1	06-12-2013
			US	2015151508	A1	04-06-2015
			WO	2013178870	A1	05-12-2013

WO 2014126463	A1	21-08-2014	AU	2014216794	A1	03-09-2015
			AU	2014216795	A1	03-09-2015
			CA	2900618	A1	21-08-2014
			CA	2900622	A1	21-08-2014
			CN	105102350	A	25-11-2015
			CN	105121307	A	02-12-2015
			EP	2956387	A1	23-12-2015
			EP	2956388	A2	23-12-2015
			HK	1218640	A1	03-03-2017
			HK	1219257	A1	31-03-2017
			JP	2016509869	A	04-04-2016
			JP	2016511663	A	21-04-2016
			KR	20150116868	A	16-10-2015
			KR	20150117673	A	20-10-2015
			RU	2015138711	A	20-03-2017
			RU	2015138712	A	20-03-2017
			SG	11201506314S	A	29-09-2015
			SG	11201506316R	A	29-09-2015
			US	2016068335	A1	10-03-2016
			US	2016068336	A1	10-03-2016
			WO	2014126463	A1	21-08-2014
			WO	2014126464	A2	21-08-2014

JP 2004099053	A	02-04-2004	AUCUN			
