

Code de distribution interne :

- (A) [] Publication au JO
(B) [] Aux Présidents et Membres
(C) [X] Aux Présidents

D E C I S I O N
du 28 juin 1994

N° du recours : T 0606/92 - 3.4.2

N° de la demande : 87402901.0

N° de la publication : 0273823

C.I.B. : B01D 13/02, A61K 9/50

Langue de la procédure : FR

Titre de l'invention :
Microcapsules à base de gélatine et de polysaccharide et leur
procédé d'obtention

Demandeur :
Sanofi Bio Industries

Opposant :
-

Référence :
-

Normes juridiques appliquées :
CBE Art. 56

Mot-clé :
"Activité inventive (oui)"

Décisions citées :
T 0433/86, T 0170/87

Exergue :

N° du recours : T 0606/92 - 3.4.2

D E C I S I O N
de la Chambre de recours technique 3.4.2
du 28 juin 1994

Requérant : Sanofi Bio Industries
66, avenue Marceau
F - 75008 Paris (FR)

Mandataire : Gillard, Marie-Louise
Cabinet Beau de Loménie
55, rue d'Amsterdam
F - 75008 Paris (FR)

Décision attaquée : Décision de la division d'examen de l'Office européen des brevets du 4 février 1992 par laquelle la demande de brevet n° 87402901.0 a été rejetée conformément aux dispositions de l'article 97(1) CBE.

Composition de la Chambre :

Président : E. Turrini
Membres : C. Black
M. Lewenton

Exposé des faits et conclusions

- I. Le requérant (demandeur) a formé un recours contre la décision de la division d'examen relative au rejet de la demande de brevet N° 87402901.0.

La division d'examen était parvenue à la conclusion que la demande ne satisfaisait pas aux conditions prévues par l'article 56 CBE, eu égard au document suivant :

(D1) FR-A-2 378 561.

- II. Le requérant a requis l'annulation de la décision attaquée et la délivrance d'un brevet sur la base des documents suivants :

requête principale :

Revendications :

N° : 1 à 18 produites avec lettre du 12 Juin 1992,

Description :

Pages : 1 à 13 telles que déposées,

requête auxiliaire :

Revendications :

N° : 1 à 15 produites avec lettre du 12 Juin 1992,

Description :

Pages : 1 à 13 telles que déposées.

III. Le libellé de la revendication 1 selon la requête principale au moment de la présente décision est le suivant :

"Procédé de préparation de microcapsules sèches contenant un liquide hydrophobe ou un solide insoluble dans l'eau, caractérisé en ce que :

- dans une première étape, on émulsifie un liquide hydrophobe ou un solide insoluble dans l'eau dans une solution de gélatine,
- dans une seconde étape, on ajoute à la solution de gélatine un polysaccharide hydrosoluble anionique de faible masse moléculaire ayant une viscosité en solution aqueuse à 1,5 % mesurée à 75°C comprise entre 1 et 20 mPa·s,
- dans une troisième étape, on encapsule le liquide hydrophobe ou le solide insoluble dans l'eau à l'intérieur des microcapsules par coacervation complexe du mélange de gélatine et de polysaccharide et,
- dans une quatrième étape, on sépare et on sèche ledites microcapsules, sous réserve que lorsque ledit polysaccharide hydrosoluble anionique de faible masse moléculaire est une carboxyméthylcellulose, sa viscosité soit supérieure à 3,8 mPa·s."

La revendication 18 selon la requête principale est aussi indépendante (règle 29(2) CBE). Son libellé au moment de la présente décision est le suivant :

"Microcapsules de gélatine et polysaccharides de faible masse moléculaire, préparée par le procédé de l'une quelconque des revendications 1 à 17."

Les revendications 2 à 17 dépendent de la revendication 1.

IV. Le requérant a développé les arguments suivants :

Le problème posé dans D1 est essentiellement différent de celui de la présente demande. D1 vise à obtenir des microcapsules de taille définie qui, une fois obtenues, ne sont pas isolées mais déposées sur papier à l'état dispersé au sein de la solution dans laquelle elles sont obtenues, avant séchage pour obtenir un papier autocopiant. En revanche, le problème posé dans l'espèce consiste à obtenir des microcapsules isolables, sèches, s'écoulant librement, donc non collantes, sans la présence d'un agent antiagglomérant.

La solution apportée par le procédé selon l'invention réside essentiellement dans la mise en oeuvre de polysaccharides anioniques de faible masse moléculaire, tels que définis par leur viscosité en solution. L'introduction du disclaimer dans la revendication 1

selon la requête principale exclut explicitement l'utilisation des carboxyméthylcelluloses du document D1.

L'activité inventive ne réside pas dans l'étape de séchage proprement dite mais dans le fait que cette étape soit rendue possible. Le procédé revendiqué est inventif dans la mesure où cette possibilité n'était pas offerte par l'état de la technique qui ne permettait pas l'obtention de microcapsules isolables.

Motifs de la décision

1. Le recours est recevable.
2. *Requête principale*
 - 2.1 Modifications (article 123(2) CBE)

La revendication 1 dans la version initiale a été limitée par l'introduction des caractéristiques suivantes qui sont fondées sur l'ensemble de la description telle qu'elle a été déposée :

- la mention du fait que les microcapsules sont sèches est supportée par la page 3, ligne 2,

- la première étape est mentionné de page 5, ligne 32 à page 6, ligne 3,
- dans la seconde étape, le fait qu'on ajoute à la solution de gélatine un polysaccharide ayant la viscosité indiquée est fondée sur la page 5, lignes 32 à 34 en combinaison avec la page 3, lignes 13 à 17,
- dans la troisième étape, la caractéristique qu'on encapsule le liquide hydrophobe ou le solide insoluble dans l'eau à l'intérieur des microcapsules est supportée par la page 6, lignes 26 à 35 et la page 1, lignes 7 à 18,
- la quatrième étape est mentionnée à la page 7, lignes 12 à 22,
- la mention de la carboxymethylcellulose (par la suite on l'appelle CMC) dans le disclaimer à la fin de la revendication est supportée par la page 3, ligne 27. Le disclaimer, qui se réfère au cas des CMCs et qui exclut l'intervalle des valeurs de viscosité connue du document D1 (cf. le paragraphe 2.2.1 ci-après), a la fonction d'exclure le chevauchement entre l'état de la technique et l'objet revendiqué. Il est admissible même si cette exclusion ne se fonde pas sur les pièces initiales (cf. T 433/86, non publiée).

Les revendications 2 à 9 et 11 à 18 correspondent aux revendications initiales 2 à 9 et 10 à 17. En ce qui concerne la revendication 14, la limite inférieure de l'intervalle de valeurs de viscosité a été modifiée afin d'être consistante avec le disclaimer de la revendication 1.

La revendication 10 dépende des revendications 6 à 9, qui se réfèrent au cas particulier des carraghénanes. Elle est fondée sur la page 3, lignes 29 à 31.

Les revendications donc n'ont pas été modifiées de manière que leur objet s'étende au-delà du contenu de la demande telle qu'elle a été déposée.

2.2. Nouveauté (article 54 CBE)

2.2.1 Le document D1 (cf. la revendication 1) expose un procédé de préparation de microcapsules contenant une huile immiscible à l'eau, comprenant, entre autre, les étapes suivantes :

- on prépare un système aqueux contenant une solution aqueuse d'au moins deux types de matières colloïdales hydrophiles ayant des charges électriques opposées, avec des gouttelettes d'huile dispersées dans la solution,

- on forme, dans le système aqueux, une suspension de coacervat dans laquelle chacune des gouttelettes d'huile est entourée par le coacervat, et

- on refroidisse la suspension de coacervat afin qu'il se forme des capsules à plusieurs germes. Au cours du refroidissement, le réglage de l'agrégation des particules de gouttelettes d'huile, ayant chacune un coacervat autour d'elle, a lieu par un courant d'agitation qui permet la formation de microcapsules à plusieurs germes dont le diamètre moyen est compris entre 3 et 20 microns.

Les deux matières colloïdales différentes sont avantageusement une gélatine et de la CMC (cf. page 4, lignes 29 à 31). La CMC peut avantageusement avoir une viscosité en solution aqueuse à 2 %, mesurée à 25°C avec un viscosimètre Brookfield, comprise entre 2 et 500 mPa·s, de préférence entre 3 et 100 mPa·s (cf. page 15, lignes 27 à 32).

Il est connu que la CMC est un polysaccharide hydrosoluble.

La valeur de 500 mPa·s à 2 % et 25°C correspond à une viscosité d'environ 3,6 à 3,8 mPa·s pour une solution à 1,5 % et à 75°C (cf. la présente demande, page 1, lignes 30 à 33).

En outre, compte tenu du fait que la présente demande définie "faible" la masse moléculaire du polysaccharide, si la viscosité de la solution aqueuse à 1,5 %, mesurée à 75°C avec un viscosimètre Brookfield, est comprise entre 1 et 20 mPa·s environ, et que la valeur de 500 mPa·s à 2 % et 25°C, c'est-à-dire 3,3 à 3,8 mPa·s à 1,5 % et 75°C, est comprise dans ledit intervalle, la CMC connue de D1 peut être considérée de faible masse moléculaire au sens donné à cette expression par la présente demande.

Le procédé de la revendication 1 diffère donc du celui connu de D1 par

- l'étape finale de séparer et de sécher les microcapsules formées après la coacervation (les microcapsules ainsi obtenues sont donc sèches comme l'on a indiqué dans la première ligne de la revendication), et
- le disclaimer que la viscosité est supérieure à 3,8 mPa·s (mais inférieure à 20 mPa·s) si le polysaccharide est une CMC, ou l'intervalle de viscosité de 1 à 20 mPa·s si le polysaccharide est choisi parmi les substances mentionnées à page 3, lignes 18 à 28, de la description à l'exception de la CMC.

2.2.2 Les autres documents antérieurs cités dans le rapport de recherche demeurent éloignés de l'objet de la revendication 1.

2.2.3 L'objet de la revendication 1 est donc considéré comme nouveau au sens de l'article 54 CBE.

2.3 Activité inventive (article 56 CBE)

2.3.1 En partant du procédé connu de D1 que la Chambre de recours estime constituer l'état de la technique le plus pertinent, le problème objectif que la revendication 1 vise à résoudre est d'obtenir des microcapsules isolables, sèches, s'écoulant librement, donc non collantes, sans utilisation de la gomme arabique et sans addition d'un agent antiagglomérant (cf. la description, page 3, lignes 1 à 5).

Selon la description, page 2, lignes 16 à 23, on sait que les microcapsules à base de gélatine et de gomme arabique ou d'alginates ou de CMCs, dont les solutions aqueuses ont une faible viscosité, peuvent être isolées. Mais seules celles à base de gomme arabique donnent des microcapsules sèches pulvérulentes, s'écoulant facilement ; les autres sont difficiles à sécher et perméables. L'enseignement de l'art antérieur est donc que, par l'utilisation de la gomme arabique, des capsules isolables et sèches peuvent être obtenues. Il s'ensuit que le fait en soi de poser le problème

indiqué, en particulier de vouloir obtenir le caractéristiques mentionnées (mais sans utiliser la gomme arabique), ne peut pas contribuer à la présence d'une activité inventive.

2.3.2 Le problème posé est résolu grâce au fait

- que des polysaccharides de faible masse moléculaire sont choisis, tels que définis par l'intervalle de viscosité en solution entre 1 et 20 mPa·s à 1,5% et 75°C, sous réserve que la viscosité soit supérieure à 3,8 mPa·s lorsque le polysaccharide est une CMC, et
- qu'on sépare et sèche les microcapsules formées.

Le document D1 (cf. page 1, lignes 1 à 6) concerne un procédé de préparation de microcapsules contenant des gouttelettes d'une huile immiscible à l'eau et, plus précisément, un procédé de préparation de microcapsules à plusieurs germes, formées par agrégation de microcapsules à un seul germe, utiles pour la réalisation de papiers de copie sensibles à une pression. Selon D1, la technique classique de préparation de microcapsules à plusieurs germes n'a jamais permis la résolution du problème antinomique selon lequel la capacité de copie des feuilles de papier doit augmenter sans que ces feuilles puissent être salies par une pression appliquée par inadvertance (cf. page 2, lignes 1 à 6). La résolution de ce problème

antinomique nécessite la formation de microcapsules ayant des dimensions choisies et uniformes de façon générale dans une plage limitée (cf. page 2, lignes 30 à 33). Selon le procédé proposé par D1 (cf. de page 3, ligne 28, à page 4, ligne 9), suivant la technique de coacervation, on prépare une solution aqueuse d'au moins deux types de matières colloïdales hydrophiles ayant des charges électriques opposés, des gouttelettes d'huile étant dispersées dans cette solution. La coacervation est ensuite provoquée et une suspension est obtenue, dans laquelle chacune des gouttelettes d'huile est entourée par le coacervat. L'agrégation des gouttelettes est ensuite favorisée, pendant une étape de refroidissement, par un courant d'agitation afin que des microcapsules à plusieurs germes, ayant le diamètre voulu et l'uniformité souhaitée, puissent se former. Les deux matières colloïdales hydrophiles différentes sont avantageusement une gélatine et de la CMC, dont la viscosité, mesurée au viscosimètre Brookfield dans une solution aqueuse à 2 % et à 25°C, est comprise entre 2 et 500 mPa·s (cf. page 4, lignes 29 à 34 en combinaison avec page 15, lignes 27 à 32). En ce qui concerne la viscosité en solution de la CMC, dans le document D1 (cf. page 15, lignes 15 à 21) on constate que la sélection d'une CMC ayant une viscosité comprise dans la plage spécifiée pour le système contenant la gélatine et la CMC a une efficacité tout à fait imprévue pour le réglage précis de la dimension des capsules formées à plusieurs germes, c'est-à-dire pour la réalisation du

but qu'on s'est fixé. Cet enseignement est répété à page 16, lignes 6 à 13, où on souligne l'intérêt de la sélection d'une CMC ayant une viscosité comprise dans la plage indiquée pour la détermination de la dimension des microcapsules à plusieurs germes.

D1 enseigne donc qu'en utilisant des CMCs dont la viscosité est comprise dans la gamme indiquée on obtient la formation des blocs de dimensions choisies, dont il n'est pas possible d'isoler les microcapsules qui ne peuvent être ensuite séchées. Le réglage de l'agrégation des particules est assuré par un courant d'agitation du milieu. La possibilité d'obtenir des microcapsules sous forme d'une poudre sèche, s'écoulant librement, n'est ni décrite ni suggérée dans le document.

En revanche, le procédé selon la revendication 1 permet de soumettre les microcapsules issues de l'étape de coacervation à une séparation, puis à un séchage afin d'obtenir la poudre sèche recherchée. L'enseignement de l'invention, selon lequel la viscosité de la solution de CMC est un paramètre essentiel pour permettre d'isoler les microcapsules, ne peut pas être tiré du document D1. L'activité inventive ne réside pas dans l'étape de séchage proprement dit, mais dans le fait que cette étape soit rendue possible sans endommager les microcapsules et sans devoir utiliser la gomme arabique (cf. la description, page 2, lignes 19 à 21) qui a les désavantages énoncés à page 3, lignes 6 à 12.

2.3.3 Il faut remarquer que même si l'enseignement de l'invention selon lequel les microcapsules peuvent être séparées et séchées à condition de mettre en oeuvre des polysaccharides de faible masse moléculaire, tels que définis par leur viscosité en solution dans les conditions revendiquées, pouvait être considéré comme inventif dans toute la plage de valeurs de la viscosité (de 1 à 20 mPa·s) mentionnée dans la version initiale de la description (cf. page 3, lignes 13 à 17), le disclaimer concernant la CMC serait néanmoins nécessaire pour rendre nouveau cet enseignement se recoupant avec l'état de la technique représenté par D1 (cf. T 170/87, JO OEB 1989, 441, point II du Sommaire).

2.3.4 Il apparaît en conclusion que le procédé proposé selon la revendication 1 implique une activité inventive au sens de l'article 56 CBE. La même conclusion est valable mutatis mutandis pour la revendication 18. L'objet des revendications 1 et 18 est donc brevetable, de même que celui des revendications 2 à 17, du fait de leur rattachement à la revendication indépendante 1.

2.4 Par conséquent, il doit être fait droit à la requête principale.

3. *Requête auxiliaire*

Compte tenu du fait que la requête principale est admissible, l'examen de la requête auxiliaire est superflu.

Dispositif

Par ces motifs, il est statué comme suit :

La décision attaquée est annulée.

L'affaire est renvoyée à l'instance du premier degré afin de délivrer un brevet avec les revendications suivantes et une description qui y doit être adaptée :

Revendications :

N° : 1 à 18 produites avec lettre du 12 juin 1992, selon la requête principale.

Le Greffier :

Le Président :

P. Martorana

E. Turrini