ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE
---

(19)

المملكة المغربية

المكتب المغربي للملكية الصناعية و التجارية
---

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication :
MA 37554 A1

(43) Date de publication :
30.03.2018

(51) Cl. internationale :
C04B 24/38; C08B 37/00; C04B 28/14; C04B 28/04

(21) N° Dépôt :
37554

(22) Date de Dépôt :
03.08.2012

(30) Données de Priorité :
28.05.2012 IT VA2012A000014

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:
PCT/EP2012/065290 03.08.2012

(71) Demandeur(s) :
LAMBERTI SPA, Ufficio Brevetti via Piave 18 I-21041 Albizzate (IT)

(72) Inventeur(s) :
BIASOTTI, Barbara ; GIUDICI, Max ; PFEIFFER, Ugo ; LANGELLA, Valentina ; COAREZZA, Roberto ; FLORIDI, Giovanni

(74) Mandataire :
SMAS INTELLECTUAL PROPERTY

(54) Titre : **COMPOSITION DE LIANT HYDRAULIQUE**

(57) Abrégé : Compositions sèches contenant un liant hydraulique, tel que du ciment ou du gypse, et un C2-C4 hydroxyalkyle galactomannane fortement substitué avec un rapport moyen des unités D-mannosyle aux unités D-galactosyle différent de 2/1, qui produisent des pâtes ayant de bonnes caractéristiques de rétention d'eau et qui peuvent être travaillées facilement.

الملخص

تركيبات جافة تشتمل على رابط هيدروليكى، مثل الأسمنت أو الجبس، وجالاكتومانان هيدروكسى الكيل C_2-C_4 عالى الاستبدال بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل يختلف عن 1:2، مزود بمعاجين بها خصائص جيدة للإحتفاظ بالماء.

تركيبة رابط هيدروليكى

الوصف الكامل

خلفية الإختراع:-

يتعلق الاختراع الحالى بتركيبات جافة تشتمل على رابط هيدروليكى، مثل الأسمنت أو الجبس، وعامل احتفاظ بالماء الذى يمثل جالاكتومانان هيدروكسى الكيل C_2-C_4 عالى الاستبدال بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل يختلف عن 1:2، والذى يشتمل على نحو مفضل على سلسلة الكيل C_6-C_{22} خطية أو متفرعة.

من المعروف جيداً استخدام تركيبات الرابط الهيدروليكى فى مجال البناء لتصنيع البنية التحتية للمبانى، الأعمال الفنية، المبانى السكنية أو المواد مثل بلاط الرصف أو الألواح والبلاط، ومثل المواد اللاصقة أو تركيبات التوصيل، خاصةً للصق البلاط أو السيراميك بشكل عام، رأسياً أو أفقياً، لتمهيد الأسطح من أنواع مختلفة، مثل الخرسانة، الخشب الرقائقى أو أسطح القرميد.

فى النص الحالى نشير بالمصطلح "روابط هيدروليكية" إلى المواد المعدنية التى تتصلب فى وجود الماء بسبب التفاعلات الكيميائية للإماهة وقد تربط المواد الأخرى معاً.

تستخدم تركيبات الرابط الهيدروليكى التى تتألف أساساً من أسمنت مخلوط مع كمية متغيرة من الرمل وربما الجبس بشكل عام لتحضير المواد اللاصقة للبلاط، الملاط، الخرسانة، جص الأسمنت، جص الأثاث، الأرضيات ذاتية الاستواء؛ عادةً ما تستخدم تركيبات الرابط الهيدروليكى المعتمدة على الجبس لتحضير جص الجبس ومركبات التوصيل.

قبل الاستخدام مباشرةً، يتم إضافة كمية مناسبة من الماء إلى تركيبة الرابط الهيدروليكى الجاف، مما يجعلها معجون قابل للتطبيق ويسمح بتشكيل المواد أو التطبيق على الأسطح المختلفة.

عادةً ما يشار إلى معالجة معجون الرابط الهيدروليكى الناتج (من الآن فصاعداً "معجون")، بـ "الإعداد"، يبدأ بمجرد خلط التركيبة مع الماء وسوف يؤدى إلى التصلب التام ويظهر الخصائص الفيزيائية والميكانيكية اللازمة.

الإعداد هو عملية كيميائية معقدة إلى حد ما والتى تنتج تراكيب بوليمرية غير عضوية تؤدى تفاعلاتها المتبادلة القوية إلى تشكيل كتل صلبة وقوية.

فى عملية الإعداد، يكون للعديد من السمات أهمية وتأثير ليس فقط على السرعة التى يحدث بها الإعداد ولكن أيضاً على فعاليتها النهائية، أى قوتها.

من بين هذه السمات ذات الأهمية الأساسية محتوى الماء وقدرة التركيبة على الاحتفاظ بكمية مناسبة من الماء خلال عملية الإعداد بالكامل. من المهم أن يحتفظ المعجون بماء كافى حتى يتم الحصول على كل الخصائص الفيزيائية المطلوبة.

فى الممارسة العملية، تكون معظم الأسطح التى يتم تطبيق المعاجين عليها بشكل عام مسامية وماصة وتمتص الماء من المعجون فى منطقة الاتصال، مما يحدث عيوب فى الإعداد التى فى مرحلة ما من الوقت قد تؤدى إلى عيوب فى الالتصاق وفى الخواص الميكانيكية للتركيبة المتصلبة.

هناك مشكلة أخرى التى قد يتم مواجهتها أثناء تطبيق المعاجين والتى تتعلق بقدرة المعجون على الاحتفاظ بكمية مناسبة من الماء خلال عملية الإعداد بالكامل وهى التصلب السريع جداً الذى يمنع ضبط الطبقات الموضوعة أو المواد المشكلة. تسمى هذه المشكلة "ضيق الوقت المفتوح" و/أو "ضيق وقت إمكانية الضبط".

لاتزال هناك مشكلة أخرى تحدث عندما يزيد محتوى الماء، حتى لو كان موضعياً فقط أو بسبب عدم وجود تجانس فى الخلط. فى مثل هذه الحالات، يصبح الإعداد بطئ جداً بسبب الخليط المتدفق جداً، يصبح وقت العمل أطول ويصبح التطبيق الناتج غير دقيق وصعب.

هناك مسألة أخرى فى معالجة المعاجين وهى حقيقة أن الماء فى الخليط يعمل كمادة تشحيم للجسيمات الصلبة عند انتشار المعجون على سطح الجسم المراد تطبيقه عليه. تعطى الكمية المناسبة من الماء للخليط "تماسك" أو "دسامة" مناسبة لنشر موحد، متجانس

وسهل. خصائص الانسيابية للخليط النهائى مهمة جداً وتعتمد على نوع وعلى كمية المكونات المختلفة فى الخليط.

انسيابية خليط الرمل، الأسمنت والماء فقط، أو الجبس والماء فقط تجعلهم غير صالحين للاستخدام كمعاجين بسبب عدم وجود الخصائص المذكورة سابقاً، وبشكل أعم، بسبب سوء معالجتهم.

للتغلب على كل هذه المشاكل، تستخدم المواد المضافة فى صياغة تركيبات الرابط الهيدروليكى التى تعمل كعوامل احتفاظ ومعدلات انسيابية. عادةً ما تكون هذه المواد المضافة بوليمرات تركيبية أو شبه تركيبية، عادةً بوليمرات طبيعية معدلة كيميائياً، والتى تظهر خاصية معينة لربط وتنظيم كمية كبيرة من الماء بمجرد إذابتها فى الماء.

هذه المنتجات، ومن بينها خاصةً إيثيرات السيليولوز، هى منتجات عالية النقاء يتطلب تحضيرها العديد من خطوات التنقية المتطورة والمعقدة. وهى منتجات مكلفة إلى حد ما.

فى النشرة يتم وصف العديد من المخاليط للاستخدام كمعدل انسيابية ومساعد احتفاظ فى المعاجين، كما فى US 6,706,112 , US 4,028,127, EP 235513, US 5,432,215 و US 4,487,864 .

على وجه الخصوص، تبين US 6,706,112 مواد إضافة ملاط أسمنتية متضمنة على الأقل جالاكتومانان غار هيدروكسى الكيل، (جالاكتومانان بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل حوالى 1:2) باستبدال مولارى من حوالى 0.7 إلى حوالى 3 والذى يكون قادر على منح الملاط احتفاظ بالماء جيد جداً والتصاق أولى جيد مثل التصاق الملاط الذى يتضمن إيثيرات سيليولوز.

تصف EP 2236475 الإعداد الهيدروليكى لمواد بناء تشتمل على

جالاكتومانان كاسيا هيدروكسى الكيل C_2-C_4 (جالاكتومانان بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل حوالى 1:5) باستبدال مولارى من 0.1 إلى 0.6، على نحو مفضل من 0.3 إلى 0.6.

تتعلق PCT/EP2011/072939 بتركيبات جافة تشتمل على رابط هيدروليكى، مثل الأسمنت أو الجبس، وعامل احتفاظ بالماء الذى يمثل مشتق جالاكتومانان غار هيدروكسى بروبيل عالى الاستبدال يشتمل على سلسلة الكيل C_6-C_8 غير مستبدلة خطية أو متفرعة.

ومع ذلك، من المستحسن فى المجال تحضير معاجين الأسمنت و/أو الجبس لتوفير مواد مضافة تعتمد على الجالاكتومانان والتى تختلف عن الغار، ولكنها تعطى خواص احتفاظ بالماء وقابلية تشغيل مماثلة أو محسنة.

وقد وجد أن كل جالاكتومانات الهيدروكسى الكيل C_2-C_4 عالية الاستبدال بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل يختلف عن 1:2، والتى تشتمل على نحو مفضل على سلسلة الكيل C_6-C_{22} خطية أو متفرعة، وعلى الرغم من الاختلافات الخاصة فى التركيب الجزيئى وخصائص الانسيابية لجالاكتومانان البداية، تمنح معاجين الأسمنت و/أو الجبس احتفاظ بالماء وقابلية معالجة جيدة.

الوصف العام للاختراع:-

فى أحد الجوانب، يمثل الاختراع تركيبة جافة تشتمل على رابط هيدروليكى ومن 0.05 إلى 2.0% وزن مركب واحد على الأقل الذى يمثل

جالاكتومانان هيدروكسى الكيل C_2-C_4 بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل تختلف عن 1:2 وله استبدال مولارى لهيدروكسى الكيل C_2-C_4 من حوالى 0.7 إلى حوالى 3.

فى جانب آخر، يمثل الاختراع معجون رابط هيدروليكى محضر عن طريق خلط تركيبة جافة تشتمل على رابط هيدروليكى ومن 0.05 إلى 2.0 % وزن مركب واحد على الأقل والذى يمثل جالاكتومانان هيدروكسى الكيل C_2-C_4 بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل يختلف عن 1:2، وله استبدال مولارى لهيدروكسى الكيل C_2-C_4 من حوالى 0.7 إلى حوالى 3، مع من حوالى 10 إلى حوالى 85 جزء من وزن الماء لكل 100 جزء من وزن التركيبة الجافة.

وفقاً لجانب آخر، موضوع الاختراع هو مركبات 2- هيدروكسى بروبيل-2-هيدروكسى-3-(2- إيثيل هكسيلوكسى) بروبيل جالاكتومانان بمتوسط نسبة وحدات D-

مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل يختلف عن 1:2 وله استبدال مولارى لهيدروكسى الكيل من 0.7 إلى 3.0 ودرجة استبدال الكيل من 0.005 إلى 0.10.

الوصف التفصيلى:-

مركبات الجالاكتومانان هيدروكسى الكيل C_2-C_4 بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل يختلف عن 1:2 هى مشتقات ركائز مادة خام متجددة، والتى تكون مرغوبة كبدائل لمنتجات جالاكتومانان الغار المستخدمة حالياً.

جالاكتومانان الغار هو عديد سكاريد ينتمى لعائلة مركبات الجالاكتومانان ويتم استخلاصه من القرنيات، "Cyamopsis Tetragonolobus "، التى تنمو فى منطقة شبه جافة فى البلدان الاستوائية، خاصةً فى الهند وباكستان ولها نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل حوالى 1:2.

كما هو الحال بالنسبة للكثير من المواد الخام الأخرى المستمدة من الإنتاج الزراعى، يخضع سعر الغار وتوافره للتقلب الدورى. وكنتيجة لذلك فهو مرغوب جداً لتوفير بدائل لاستخدامه.

الجالاكتومانان بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل يختلف عن 1:2 متاح تجارياً.

الجالاكتومانان من تارا (صمغ تارا) له متوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل تقريباً 1:3، والذى من حبوب الخروب (صمغ حبوب الخروب) له نسبة حوالى 1:4، والذى من كاسيا (صمغ كاسيا) حوالى 1:5 والجالاكتومانان من الحلبة (صمغ الحلبة) حوالى 1:1.

يتم الحصول على صمغ تارا من بذور من شجيرة تارا *Caesalpinia spinosa*، يشار إليها أحياناً بـ *Caesalpinia tinctoria* أو *Caesalpinia pectinata*. هذه البقول أصلية من المناطق الشمالية بأفريقيا وأمريكا الجنوبية. Peru هو المصدر الرئيسى لصمغ تارا.

فى صمغ تارا لم يتم توضيح طبيعة توزيع D- جالاكتوسيل على طول سلسلة المانان تماماً، وعلى الرغم من سلوكه الانسيابى، وخاصةً تآزره مع صمغ زانثان، تشير إلى درجة معينة من تركيب كتلة استبدال الجالاكتوز. صمغ حبوب شجر الخروب (أو صمغ الخروب) هو السويداء المكررة لبذور شجرة الخروب، والمعروفة نباتياً باسم *Ceratonia siliqua L*. تنمو الشجرة بشكل رئيسى فى دول البحر الأبيض المتوسط.

مشتقات هيدروكسى الكيل C_2-C_4 عالية الاستبدال، خاصةً مشتقات الهيدروكسى بروبيل، التى يمكن استخدامها كمعدلات انسيابية ومساعدات احتفاظ بالماء فى تركيبات البناء التى تشتمل على روابط هيدروليكية.

أداء مشتقات الجالاكتومانان هيدروكسى الكيل C_2-C_4 المقابلة منخفضة الاستبدال، خاصةً مشتقات الهيدروكسى بروبيل، يتحسن بشكل ملحوظ بالنسبة لجميع مشتقات الصمغ، وبالتالى تكون قابلة للتبادل مع بعضها البعض، مما يوفر لجميعها عملية فريدة لتحضيرها.

قد يتم الحصول على جالاكتومانان الهيدروكسى بروبيل بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل من 1:2 والذى له توزيع مولارى للهيدروكسى بروبيل من حوالى 0.7 إلى حوالى 3 من خلال تفاعل الجالاكتومانان المقابل مع أكسيد البروبيلين فى ظل ظروف قاعدية. فى الأساس، يمكن استخدام العملية المستخدمة لتحضير جالاكتومانان غاز هيدروكسى بروبيل عالى الاستبدال لتحضيره أيضاً.

مركبات الجالاكتومانان هيدروكسى الكيل C_2-C_4 المفيدة للاختراع الحالى لها على نحو مفضل درجة مولارية لاستبدال الهيدروكسى الكيل C_2-C_4 (MS_{HA}) من 1.0 إلى 2.5.

لأغراض الاختراع الحالى، الدرجة المولارية لاستبدال هيدروكسى الكيل C_2-C_4، والتى هى متوسط عدد مولات مجموعات الهيدروكسى الكيل C_2-C_4 المرتبطة لكل وحدة أحادىٰ سكاريد، تختصر بـ "MS_{HA}" ويتم تحديدها بواسطة ^{1}H-NMR (استبدال مولارى فعال).

وعلى نحو مفيد، تشتمل مركبات جالاكتومانان الهيدروكسى بروبيل بمتوسط نسبة وحدة D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل تختلف عن 1:2 للاختراع أيضاً على سلاسل الكيل C_6-C_{22} خطية أو متفرعة بدرجة استبدال الكيل (DS_{AK}) من 10^{-5} إلى 0.10.

لأغراض الاختراع الحالى، درجة استبدال الالكيلC_6-C_{22}، والتى هى متوسط عدد مولات سلاسل الالكيل C_6-C_{22} الخطية أو المتفرعة غير المستبدلة لكل وحدة أحادى سكاريد، تختصر "DS_{AK}" ويتم تعيينها أيضاً بواسطة ^{1}H-NMR (درجة الاستبدال الفعالة).

يمكن إدخال سلاسل الالكيل C_6-C_{22} الخطية أو المتفرعة عن طريق تفاعل مشتق هيدروكسى بروبيل جالاكتومانات مع هاليد الكيل C_6-C_{22} خطى أو متفرع، أو مع 2,1

إيبوكسيد C_8-C_{24} خطى أو متفرع، أو مع إيثير جلايسيديل الكيل C_6-C_{22} خطى أو متفرع، الحصول على التوالى على مشتق إيثير الكيل، مشتق إيثير هيدروكسى الكيل ومشتق إيثير 2- هيدروكسى-3-(الكيلوكسى) بروبيل. المفضل بالأخص للاستخدام كعوامل احتفاظ بالماء فى التركيبات المشتملة على رابط هيدروليكى هى مركبات هيدروكسى بروبيل جالاكتومانان التى تشتمل على سلاسل الكيلC_6-C_8 وDS_{AK} من 0.005 إلى 0.1؛ هيدروكسى بروبيل جالاكتومانان الذى يشتمل على سلاسل n- هكسيل أو سلاسل 2- إيثيل هكسيل، وخاصة مركبات 2- هيدروكسى بروبيل-2- هيدروكسى-3-(2- إيثيل هكسيلوكسى) بروبيل جالاكتومانان، هى الأكثر تفضيلاً.

سمة أخرى لاستخدام مركبات هيدروكسى الكيل جالاكتومانان وفقاً للاختراع الحالى هى حقيقة أنه يمكن استخدامها فى شكل خام حيث أنها تضمن أداء جيد بدون الحاجة لخطوة التنقية بعد تحضيرها، و، كنتيجة، يمكن الحصول عليها بتكلفة مصنع منخفضة إلى حد كبير.

تحتوى التركيبات الجافة للاختراع العام بصفة عامة على من 5 إلى 80% من الوزن أسمنت و/أو جبس كرابط هيدروليكى؛ المفضل، فى حالة الرابط الهيدروليكى جبس، تكون كمية الرابط الهيدروليكى من 40 إلى 80% من الوزن، فى حين أنه فى حالة الرابط الهيدروليكى أسمنت، تتراوح كميته من 5 إلى 60% من الوزن.

قد يكون الأسمنت أسمنت بورتلاند أو مزيج أسمنت بورتلاند أو أسمنت هيدروليكى غير بورتلاند، مثل أسمنت الومينات كالسيوم، أسمنت سلفو الومينات كالسيوم، أسمنت جير البوزولان.

أنواع الأسمنت المفضلة هى أسمنت بورتلاند ومخاليط من أنواع أسمنت بورتلاند (على سبيل المثال، أسمنت بورتلاند الخبث، أسمنت بورتلاند البوزولان، أسمنت بورتلاند الرماد المتطاير، أسمنت بورتلاند فرن الانفجار وكل مخاليط أسمنت بورتلاند المحددة فى EN 197-1 A3 القياسية).

قد يكون الجبس هيمي هيدرات سلفات كالسيوم أو انهيدريت، الأفضل هو هيمى هيدرات سلفات كالسيوم.

تعمل التركيبات الجافة التى تشتمل على أسمنت مخلوط مع كمية متغيرة من الرمل وربما الجبس كمواد أساسية لإنتاج المؤن، الجص، الخرسانة، المواد اللاصقة للبلاط، جص الأسمنت، جص الأثاث، الأرضية ذاتية التسوية.

قد يتم أيضاً تقوية تركيبات الرابط الهيدروليكى الجافة المعتمدة على الأسمنت بواسطة ألياف لتصنيع الأسمنت الليفى المستخدم، على سبيل المثال، كمادة لتصنيع مواد لتغطية الأسقف، المواسير أو الخزانات.

تستخدم التركيبات الجافة المعتمدة على الجبس لتحضير جص الجبس، مركبات الربط، مؤن الجبس والجص.

مكونات إضافية تقليدية لتركيبات الرابط الهيدروليكى الجافة المعتمدة على الأسمنت هى الركام الناعم والخشن (الرمل و/أو الحصى).

وإلى جانب الأسمنت و/أو الجبس، عامل الاحتفاظ بالماء وربما الركامات، هناك إضافات مختلفة أخرى والتى يمكن إضافتها إلى تركيبة الرابط الهيدروليكى وفقاً للاختراع قبل أو أثناء الخلط مع الماء.

الروابط البوليمرية العضوية هى مكونات إضافية تقليدية لتركيبات الرابط الهيدروليكى للمواد اللاصقة للبلاط، مركبات الربط والأرضيات ذاتية التسوية؛ يوجد كربونات الكالسيوم عادة فى الجبس ومؤن الأسمنت والجص، فى مركبات الربط وتركيبات الأرضية ذاتية التسوية.

يتم عادةً تصنيف المضافات الكيميائية الأخرى التى قد توجد وفقاً لوظيفتها؛ وهى تعمل بمثابة مساعدات ملدنات وملدنات فائقة لجلب الهواء، خفض الماء، التأخير، التسريع.

أنواع أخرى من المضافات تقع ضمن الفئة المتخصصة، تتضمن وظائفها تثبيط التآكل، الحد من الانكماش، تعزيز الفاعلية، الترابط، عزل الرطوبة، والتلوين.

يمكن تحضير معاجين الرابط الهيدروليكى من التركيبات الجافة الموصوفة سابقاً، عن طريق إضافة التركيبة الجافة تدريجياً إلى الماء والخلط.

الكمية الصحيحة من الماء هى تلك التى تسمح بالحصول على العجينة فى شكل ردغة موحدة والتى يكون لها فاعلية جيدة.

عادةً ما تتراوح هذه الكمية من حوالى 10 إلى حوالى 85 جزء من وزن الماء لكل 100 جزء من وزن التركيبة الجافة، وعلى نحو مفضل من حوالى 10 إلى حوالى 45 جزء من الوزن لكل 100 جزء من وزن التركيبة الجافة عندما يكون الرابط الهيدروليكى أسمنت، من 35 إلى 80 جزء من الوزن لكل 100 جزء من وزن التركيبة الجافة عندما يكون الرابط الهيدروليكى جبس.

الأمثلة

تحضير عوامل الاحتفاظ بالماء

تحضير 2- هيدروكسى بروبيل جالاكتومانان بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل حوالى 1:1

فى مفاعل مزج سعته 5 لتر، يتم تحميل 600 جم من صمغ الحلبة عند درجة حرارة الغرفة، يتم تطهير المفاعل بواسطة نيتروجين و، مع المزج بقوة، يتم إضافة محلول من 21 جم هيدروكسيد صوديوم فى 175 جم ماء. يستمر المزج لمدة 15 دقيقة عند درجة حرارة الغرفة. بعد تطهير جديد بنيتروجين يتم إضافة 410 جم أكسيد بروبيلين مع المزج لمدة 6 ساعات عند 65-70 درجة مئوية.

يتم تبريد خليط التفاعل عند 40 درجة مئوية ومعادلته بإضافة حمض خليك إلى أس هيدروجينى حوالى 5-6.5.

يتم تجفيف خليط التفاعل الناتج على مجفف طبقة مائع باستخدام هواء ساخن حتى يكون محتوى الرطوبة حوالى 3% من الوزن، يتم طحنه وتحليله.

المنتج الناتج (HPF_H) له MS_{HP} = 1.5

تحضير 2- هيدروكسى بروبيل-2- هيدروكسى-3-(2- إيثيل هكسيلوكسى) بروبيل جالاكتومانان بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل حوالى 1:5

فى مفاعل مزج سعته 5 لتر، يتم تحميل 600 جم من صمغ كاسيا عند درجة حرارة الغرفة، يتم تطهير المفاعل بنيتروجين، و، مع المزج بقوة، يتم إضافة محلول من 24 جم هيدروكسيد صوديوم فى 240 جم ماء/آيزوبروبانول. يستمر المزج لمدة 15 دقيقة عند درجة

حرارة 20 درجة مئوية؛ يتم إضافة 30 جم من 2- إيثيل- هكسيل جلايسيديل إيثير مخفف فى آيزوبروبانول (40 جم) ويتم مزج الخليط خلال 15 دقيقة.

بعد تطهير جديد بنيتروجين يتم إضافة 400 جم أكسيد بروبيلين مع المزج لمدة 6 ساعات عند 65-70 درجة مئوية.

يتم تبريد خليط التفاعل عند 40 درجة مئوية ومعادلته بإضافة حمض خليك إلى أس هيدروجينى حوالى 5-6.5.

يتم تقطير الآيزوبروبانول فى فراغ لمدة 20 دقيقة

يتم تجفيف خليط التفاعل الناتج على مجفف طبقة مائع باستخدام هواء ساخن حتى يكون محتوى الرطوبة حوالى 3% من الوزن، يتم طحنه وتحليله.

المنتج الناتج ($EEHPC_H$) له DS_{Ak} = 0.035 و MS_{HP} = 1.6.

على نحو مماثل، تم تحضير عوامل الاحتفاظ بالماء الأخرى (WRA) الواردة فى جدول 1. يتم قياس لزوجات RVT Brookfield ® (V_B) لعوامل الاحتفاظ بالماء فى محاليل مائية بمعدل 2% من الوزن (WRA رقم 1، 2، 4، 5، 7، 8، 9، 10، 11، 13) أو بمعدل 1% من الوزن (WRA رقم 3، 6، 12، 14)، عند 20 درجة مئوية و20 دورة فى الدقيقة، وترد فى جدول 1.

فى الجداول التالية تمثل HPF, HPG, HPC e HPT على التوالى مشتقات الهيدروكسى بروبيل من الحلبة، صمغ الغار، صمغ كاسيا وصمغ تارا؛ وتمثل EHHPF, EHHPG, EHHPC, EHHPT على التوالى مشتقات 2- هيدروكسى بروبيل-2-هيدروكسى-3-(2- إيثيل هكسيلوكسى) بروبيل من الحلبة، صمغ الغار، صمغ كاسيا وصمغ تارا؛ تشير H وL إلى درجة استبدال الهيدروكسى بروبيل، H تعنى "عالى"، L تعنى "منخفض".

جدول 1

رقم WRA	هوية WRA	MS_{HP}	DS_{Ak}	V_B (ميجاباسكال*ثانية)
1	HPF_H	1.5		2620
*2	HPF_L	0.2		7600

200	0.035	1.6	$EHHPC_H$	3
3960		1.5	HPC_H	4
700	0.033	0.2	HPC_L	*5
260		1.6	$EHHPF_H$	6
2020		0.3	HPC_L	*7
2640		1.73	HPC_H	8
7450		1.7	HPT_H	9
18150		0.42	HPT_L	*10
27900		0.15	HPT_L	*11
530	0.031	1.7	$EHHPT_H$	12
8500		1.7	HPG_H	*13
1280	0.031	1.7	$EHHPG_H$	*14

* مقارن

اختبارات التطبيق

تم إجراء اختبارات التطبيق لتحديد خواص الاحتفاظ بالماء وتماسك التركيبات التى تشتمل على عوامل الاحتفاظ بالماء بالأمثلة.

الطرق المستخدمة فى اختبارات التطبيق هى ما يلى:

يتم قياس الاحتفاظ بالماء (WR) وفقاً لطريقة الاختبار القياسية ASTM C1506-09.

يتم قياس التماسك (C) وفقاً لطريقة الاختبار القياسية ASTM C230/230M-08.

تم إجراء الاختبارات على كل من تركيبة جص أسمنت واثنين من تركيبات جص الجبس.

تم تحضير تركيبة جص الأسمنت التى تشتمل على أسمنت بورتلاند كرابط هيدروليكى عن طريق إضافة 19 جزء من الوزن ماء و0.1 جزء من الوزن WRA لكل

100 جزء من وزن الخليط الجاف (Holcim Cement 32.5R IN 8-11 12% وزن، هيدروكسيد كالسيوم 3% وزن، كربونات ماغنسيوم/كالسيوم 85% وزن).

ترد النتائج فى جدول 2.

جدول 2 – جص الأسمنت

رقم WRA	هوية WRA	(%) WR	C (مم)
1	HPF_H	79.8	163
*2	HPF_L	65.5	174
3	$EHHPC_H$	81.5	170
4	HPC_H	77	163
*5	HPC_L	55	188
6	$EHHPF_H$	81.4	169
*7	HPC_L	55	159
8	HPC_H	74.4	176
9	HPT_H	77.8	163
*10	HPT_L	55	168
*11	HPT_L	55	165
12	$EHHPT_H$	82.6	162
*13	HPG_H	82.2	168

* مقارن

تم تحضير تركيبة الجص التى تشتمل على جبس تركيبى كرابط هيدروليكى عن طريق إضافة 64 جزء من وزن الماء و0.25 جزء من وزن WRA لكل 100 جزء من وزن الخليط الجاف (جبس 60% وزن، بيرليت 35% وزن، رمل 5% وزن). النتائج واردة فى جدول 3

تم تحضير تركيبة الجص التى تشتمل على جبس طبيعى كرابط هيدروليكى عن طريق إضافة 33 جزء من الوزن ماء، 0.12 جزء من الوزن WRA و0.05 جزء من الوزن معواق

مجموعة لكل 100 جزء من وزن الخليط الجاف (45% وزن رمل سيليكونى و55% وزن جبس طبيعى).

النتائج واردة فى جدول 4

جدول 3 – جص جبس تركيبى

رقمWRA	هوية WRA	(%) WR	C(مم)
1	HPF_H	80	182
*2	HPF_L	(1n.d.	195
3	$EHHPC_H$	81.2	181
4	HPC_H	77.4	197
*5	HPC_L	n.d1)	182
6	$EHHPF_H$	83.8	163
*7	HPC_L	n.d1)	183
8	HPC_H	79.2	183
9	HPT_H	86.1	176
*10	HPT_L	78	184
*11	HPT_L	76	195
12	$EHHPT_H$	85.5	182
*13	HPG_H	87.5	172

1) لا يمكن تحديدها

* مقارن

جدول 4- جص جبس طبيعى

رقم WRA	هوية WRA	(%) WR	C (مم)
1	HPF_H	90.3	144
4	HPC_H	91.1	141

8	HPC_H	87.4	169
*14	$EHHPG_H$	91.4	176

* مقارن

تبين النتائج أن مركبات جالاكتومانان هيدروكسى الكيل C_2-C_4 المستبدل بدرجة كبيرة بمتوسط نسبة وحدة D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل مختلفة عن 1:2، المفضل التى تشتمل على سلسلة الكيل، جميعها معدلات انسيابية ممتازة وعوامل احتفاظ بالماء لتركيبات الرابط الهيدروليكى، على أساس كل من الجبس والأسمنت.

عناصر الحماية

1) تركيبة جافة تشتمل على رابط هيدروليكى ومن 0.05 إلى 2.0% وزن مركب واحد على الأقل الذى يمثل جالاكتومانان هيدروكسى الكيل C_2-C_4 بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل يختلف عن 1:2 ولها استبدال مولارى لهيدروكسى الكيل C_2-C_4 من حوالى 0.7 إلى حوالى 3.

2) التركيبة الجافة وفقاً لعنصر 1 والتى فيها الجالاكتومانان هيدروكسى الكيل هو جالاكتومانان هيدروكسى بروبيل.

3) التركيبة الجافة وفقاً لعنصر 1 أو 2 والتى فيها يشتمل الجالاكتومانان هيدروكسى الكيل على سلاسل الكيل C_6-C_{22} خطية أو متفرعة.

4) التركيبة الجافة وفقاً لعنصر 3 والتى فيها يشتمل الجالاكتومانان هيدروكسى الكيل على سلاسل الكيل C_6-C_8 خطية أو متفرعة بدرجة استبدال الكيل من 0.005 إلى 0.10.

5) التركيبة الجافة وفقاً لعنصر 4 حيث الجالاكتومانان هيدروكسى الكيل هو 2- هيدروكسى بروبيل-2- هيدروكسى-3-(2- إيثيل هكسيلوكسى) بروبيل جالاكتومانان.

6) التركيبة الجافة وفقاً لأى من العناصر من 1 إلى 5 حيث الرابط الهيدروليكى هو أسمنت و/أو جبس.

7) التركيبة الجافة وفقاً لعنصر 6 حيث الرابط الهيدروليكى هو أسمنت بورتلاند أو خليط أسمنت بورتلاند.

8) التركيبة الجافة وفقاً لعنصر 6 حيث الرابط الهيدروليكى هو جبس فى شكل هيمى هيدرات سلفات كالسيوم.

9) 2- هيدروكسى بروبيل-2- هيدروكسى-3-(2- إيثيل هكسيلوكسى) بروبيل جالاكتومانان بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل يختلف عن 1:2، له استبدال مولارى للهيدروكسى الكيل من 0.7 إلى 3.0 ودرجة استبدال الكيل من 0.005 إلى 0.10.

10) معجون رابط هيدروليكى محضر عن طريق خلط تركيبة جافة وفقاً لأى من العناصر من 1 إلى 9 بكمية ماء من حوالى 10 إلى حوالى 85 جزء من الوزن بالنسبة لـ 100 جزء من وزن التركيبة الجافة.

ROYAUME DU MAROC
****
OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE
****

OMPIC

المملكة المغربية
المكتب المغربي للملكية الصناعية و التجارية

RAPPORT DE RECHERCHE AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE

(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 37554	Date de dépôt : 03/08/2012 Date d'entrée en phase nationale : 19/11/2014
Déposant : LAMBERTI SPA	Date de priorité: 28/05/2012
Intitulé de l'invention : COMPOSITION DE LIANT HYDRAULIQUE	

Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com, et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.

Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :

Partie 1 : Considérations générales
- ☒ Cadre 1 : Base du présent rapport
- ☐ Cadre 2 : Priorité
- ☐ Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés

Partie 2 : Rapport de recherche

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité
- ☐ Cadre 4 : Remarques de clarté
- ☒ Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle
- ☐ Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée
- ☐ Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention

Examinateur: A EL KADIRI	**Date d'établissement du rapport** : 15/03/2018
Téléphone: **212 5 22 58 64 14/00**	

ROYAUME DU MAROC OFFICE MAROCAIN de la PROPRIETE INDUSTRIELLE et COMMERCIALE CASABLANCA

Partie 1 : Considérations générales

Cadre 1 : base du présent rapport

Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Description
  17 Pages
- Revendications
  10

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C 04B 24/38, C 04B 28/04, C 04B 28/14, C 08B 37/00

Bases de données électroniques consultées au cours de la recherche :

EPOQUE, Orbit

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
A	EP2236475 A2 (GLYCOMER GMBH [DE]) 6 Octobre 2010	1-10
A	EP 0824 093 A1 (AGRANA STAERKE GES M B H) 18 Février 1998	1-10
A	EP 1 264808 A1 (LAMBERTI SPA [IT]) 11 Décembre 2002	1-10
A	US 4 870 167 A (ZODY GEORGE M [US] ET AL) 26 Septembre 1989	1-10

***Catégories spéciales de documents cités :**

-« **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
-« **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
-« **A** » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
-« **P** » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs
-« **E** » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité

Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Nouveauté (N)	Revendications 1-10 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive (AI)	Revendications 1-10 Revendications aucune	Oui Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-10 Revendications aucune	Oui Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : EP2236475 A2
D2 : EP0824093 A1
D3 : EP1264808 A1
D4 : US4870167 A

1. **Nouveauté (N) :**

Aucun document de l'état de l'art cité ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques contenues dans les revendications 1-10. Par conséquent, l'objet des revendications 1-10 est nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. **Activité inventive (AI) :**

Le document D1, considéré comme l'état de l'art le plus proche de l'objet des revendications 1 & 9, décrit un éther de cassia hydraxyprapylé ([0018]) à utiliser dans une composition sèche comprenant un liant hydraulique ([0001]). On note que D1 décrit également une substitution alkyle secondaire ([0067], [0068]).

L'objet des revendications 1, 9 et 10 diffère de D1 en ce que le degré de substitution est compris entre 0,1 et 0,6.

Le problème à résoudre peut être considéré comme la fourniture d'additifs à base de galactomannane différent du guar, qui confèrent des propriétés de rétention d'eau et d'ouvrabilité similaires ou améliorées (page 6, 1er paragraphe). Ce problème est considéré comme déjà résolu par D1. Compte tenu de la caractéristique de différenciation identifiée ci-dessus, le problème à résoudre par la présente invention peut être considéré comme la fourniture un éther de galactomannane non guar présentant une rétention d'eau améliorée.
A la lumière des données techniques fournies par la présente demande (voir en particulier la comparaison des exemples 5 * et 7 * avec les exemples 4 et 8 des tableaux 2 et 3), la solution étant un degré de substitution supérieur est considérée comme résolue avec succès. A la lumière de D1, qui enseigne que de faibles degrés de substitution sont déjà suffisants pour fournir des effets de rétention d'eau similaires aux éthers de guar avec un haut degré de substitution, il n'y a pas d'indication dans D1 pour augmenter la substitution au-dessus de la limite supérieure. 0.6, en particulier aucun indice pour prendre en compte les enseignements du

document D3.

Ainsi l'objet des revendications 1, 9 implique une activité inventive conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

L'objet des revendications dépendantes 2-8 et 10 implique lui aussi une activité inventive conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.