

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE (19)
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية و التجارية

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 37554 B1** (51) Cl. internationale : **C04B 24/38; C08B 37/00; C04B 28/14; C04B 28/04**
(43) Date de publication : **28.09.2018**

(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.

المخلص

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

تركيبة رابط هيدروليكي

الوصف الكامل

خلفية الاختراع:-

يتعلق الاختراع الحالي بتركيبات جافة تشتمل على رابط هيدروليكي، مثل الأسمنت أو الجبس، وعامل احتفاظ بالماء الذي يمثل جالاكتومانان هيدروكسي الكيل C₂-C₄ عالي الاستبدال بمتوسط نسبة وحدات -D مانوسيل إلى -D جالاكتوسيل يختلف عن 1:2، والذي يشتمل على نحو مفضل على سلسلة الكيل C₆-C₂₂ خطية أو متفرعة. 5

من المعروف جيداً استخدام تركيبات الرابط الهيدروليكي في مجال البناء لتصنيع البنية التحتية للمباني، الأعمال الفنية، المباني 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 الرقائقي أو أسطح القرميد. 10

في النص الحالي تشير بالمصطلح "رابط هيدروليكي" إلى المواد المعدنية التي تتصلب في وجود الماء بسبب التفاعلات الكيميائية للإماهة وقد تربط المواد الأخرى معاً. تستخدم تركيبات الرابط الهيدروليكي التي 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 الهيدروليكي المعتمدة على الجبس لتحضير جص الجبس ومركبات التوصيل. 15

قبل الاستخدام مباشرةً، يتم إضافة كمية مناسبة من الماء إلى تركيبة الرابط الهيدروليكي الجاف، مما يجعلها معجون قابل للتطبيق ويسمح بتشكيل المواد أو التطبيق على الأسطح المختلفة. 20

- عادةً ما يشار إلى معالجة معجون الرابط الهيدروليكي الناتج (من الآن فصاعداً "معجون")، بـ "الإعداد"، يبدأ بمجرد خلط التركيبة مع الماء وسوف يؤدي إلى التصلب التام ويظهر الخصائص الفيزيائية والميكانيكية اللازمة.
- 5 الإعداد هو عملية كيميائية معقدة إلى حد ما والتي تنتج تراكيب بوليمرية غير عضوية تؤدي تفاعلاتها المتبادلة القوية إلى تشكيل كتل صلبة وقوية.
- في عملية الإعداد، يكون للعديد من السمات أهمية وتأثير ليس فقط على السرعة التي 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.
- 10 فى الممارسة العملية، تكون معظم الأسطح التي يتم تطبيق المعاجين عليها بشكل عام مسامية وماصة وتمتص الماء من المعجون فى منطقة الاتصال، مما يحدث عيوب فى الإعداد التي فى مرحلة ما من الوقت قد تؤدي إلى عيوب فى الالتصاق وفى الخواص الميكانيكية للتركيبة المتصلبة.
- 15 هناك مشكلة أخرى التي قد يتم مواجهتها أثناء تطبيق المعاجين والتي 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.
- 20
- 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.
- 25 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. 5

للتغلب على كل هذه المشاكل، تستخدم المواد المضافة فى صياغة تركيبات الرباط 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 السيليلوز، هى منتجات عالية النقاء يتطلب تحضيرها العديد من خطوات التنقية المتطورة والمعقدة. وهى منتجات مكلفة إلى حد ما. 10

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 . 15

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 سيليلوز. 20

تصف EP 2236475 الإعداد الهيدروليكى لمواد بناء تشتمل على جالاكتومانان كاسيا هيدروكسى الكيل C₂-C₄ (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 هيدروليكي، مثل الأسمنت أو الجبس، وعامل احتفاظ بالماء الذي يمثل مشتق جالاكتومانان غار هيدروكسي بروبييل عالي الاستبدال يشتمل على سلسلة الكيل C_6-C_8 غير مستبدلة خطية أو متفرعة. ومع ذلك، من المستحسن في المجال تحضير معاجين الأسمنت و/أو الجبس لتوفير مواد مضافة تعتمد على الجالاكتومانان والتي تختلف عن الغار، ولكنها تعطي خواص احتفاظ بالماء وقابلية تشغيل مماثلة أو محسنة.

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

الوصف العام للاختراع:-

في أحد الجوانب، يمثل الاختراع تركيبة جافة تشتمل على رابط هيدروليكي ومن 0.05 إلى 2.0% وزن مركب واحد على الأقل الذي يمثل

جالاكتومانان هيدروكسي الكيل C_2-C_4 بمتوسط نسبة وحدات -D مانوسيل إلى -D جالاكتوسيل يختلف عن 1:2 وله استبدال مولاري لهيدروكسي الكيل C_2-C_4 من حوالي 0.7 إلى حوالي 3.

في جانب آخر، يمثل الاختراع معجون رابط هيدروليكي محضر عن طريق خلط تركيبة جافة تشتمل على رابط هيدروليكي ومن 0.05 إلى 2.0% وزن مركب واحد على الأقل والذي يمثل جالاكتومانان هيدروكسي الكيل C_2-C_4 بمتوسط نسبة وحدات -D مانوسيل إلى -D جالاكتوسيل يختلف عن 1:2، وله استبدال مولاري لهيدروكسي الكيل C_2-C_4 من حوالي 0.7 إلى حوالي 3، مع من حوالي 10 إلى حوالي 85 جزء من وزن الماء لكل 100 جزء من وزن التركيبة الجافة.

وفقاً لجانب آخر، موضوع الاختراع هو مركبات 2- هيدروكسي بروبييل-2- هيدروكسي-3- (إيثيل هكسيلوكسي) بروبييل جالاكتومانان بمتوسط نسبة وحدات -D

- 5 -

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 التفصيلي:-

- مركبات الجالاكتومانان هيدروكسي الكيل C₂-C₄ بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل يختلف عن 1:2 هي مشتقات ركائز مادة خام متجددة، والتي تكون مرغوبة كبدايل لمنتجات جالاكتومانان الغار المستخدمة حالياً.
- 5 جالاكتومانان الغار هو عديد سكاريد ينتمي لعائلة مركبات الجالاكتومانان ويتم استخلاصه من القرنيات، "Cyamopsis Tetragonolobus"، التي تنمو في منطقة شبه جافة في البلدان الاستوائية، خاصة في الهند وباكستان ولها نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل حوالى 1:2.
- 10 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.
- 15 الجالاكتومانان من تارا (صمغ تارا) له متوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل تقريباً 1:3، والذي من حبوب الخروب (صمغ حبوب الخروب) له نسبة حوالى 1:4، والذي من كاسيا (صمغ كاسيا) حوالى 1:5 والجالاكتومانان من الحلبة (صمغ الحلبة) حوالى 1:1.
- 20 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.
- في 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.
- 25

مشتقات هيدروكسي الكيل C₂-C₄ عالية الاستبدال، خاصة مشتقات الهيدروكسي بروبييل، التي يمكن استخدامها كمعدلات انسيابية ومساعدات احتفاظ بالماء في تركيبات البناء التي تشتمل على روابط هيدروليكية.

أداء مشتقات الجالاكتومانان هيدروكسي الكيل C₂-C₄ المقابلة منخفضة الاستبدال، خاصة مشتقات الهيدروكسي بروبييل، يتحسن بشكل ملحوظ بالنسبة لجميع مشتقات الصمغ، وبالتالي تكون قابلة للتبادل مع بعضها البعض، مما يوفر لجميعها عملية فريدة لتحضيرها. 5

قد يتم الحصول على جالاكتومانان الهيدروكسي بروبييل بمتوسط نسبة وحدات D-مانوسيل إلى D-جالاكتوسيل من 1:2 والذي له توزيع مولاري للهيدروكسي بروبييل من حوالي 0.7 إلى حوالي 3 من خلال تفاعل الجالاكتومانان المقابل مع أكسيد البروبيلين في ظل ظروف قاعدية. في الأساس، يمكن استخدام العملية المستخدمة لتحضير الجالاكتومانان غاز هيدروكسي بروبييل عالي الاستبدال لتحضيره أيضاً. 10

مركبات الجالاكتومانان هيدروكسي الكيل C₂-C₄ المفيدة للاختراع الحالي لها على نحو مفضل درجة مولارية لاستبدال الهيدروكسي الكيل C₂-C₄ (MS_{HA}) من 1.0 إلى 2.5. لأغراض الاختراع الحالي، الدرجة المولارية لاستبدال هيدروكسي الكيل C₂-C₄، والتي هي متوسط عدد مولات مجموعات الهيدروكسي الكيل C₂-C₄ المرتبطة لكل وحدة أحادي سكاريد، تختصر بـ "MS_{HA}" ويتم تحديدها بواسطة ¹H-NMR (استبدال مولاري فعال). 15

وعلى نحو مفيد، تشتمل مركبات جالاكتومانان الهيدروكسي بروبييل بمتوسط نسبة وحدة D-مانوسيل إلى D-جالاكتوسيل تختلف عن 1:2 للاختراع أيضاً على سلاسل الكيل C₆-C₂₂ خطية أو متفرعة بدرجة استبدال الكيل (DS_{AK}) من 10⁻⁵ إلى 0.10. 20

لأغراض الاختراع الحالي، درجة استبدال الكيل C₆-C₂₂، والتي هي متوسط عدد مولات سلاسل الكيل C₆-C₂₂ الخطية أو المتفرعة غير المستبدلة لكل وحدة أحادي سكاريد، تختصر "DS_{AK}" ويتم تعيينها أيضاً بواسطة ¹H-NMR (درجة الاستبدال الفعالة).

يمكن إدخال سلاسل الكيل C₆-C₂₂ الخطية أو المتفرعة عن طريق تفاعل مشتق هيدروكسي بروبييل جالاكتومانان مع هاليد الكيل C₆-C₂₂ خطي أو متفرع، أو مع 2,1 25

- إيبوكسيد C₈-C₂₄ خطى أو متفرع، أو مع إثير جلايسيديل الكيل C₆-C₂₂ خطى أو متفرع، الحصول على التوالى على مشتق إثير الكيل، مشتق إثير هيدروكسى الكيل ومشتق إثير 2- هيدروكسى-3-(الكيلوكسى) بروبييل. المفضل بالأخص للاستخدام كعوامل احتفاظ بالماء فى التركيبات المشتملة على رابط هيدروليكى هى مركبات هيدروكسى بروبييل جالاكتومانان التى تشتمل على سلاسل الكيل C₆-C₈ و DS_{AK} من 0.005 إلى 0.1؛ 5 هيدروكسى بروبييل جالاكتومانان الذى يشتمل على سلاسل n- هكسيل أو سلاسل 2- إيثيل هكسيل، وخاصة مركبات 2- هيدروكسى بروبييل-2- هيدروكسى-3-2- إيثيل هكسيلوكسى) بروبييل جالاكتومانان، هى الأكثر تفضيلاً.
- سمة أخرى لاستخدام مركبات هيدروكسى الكيل جالاكتومانان وفقاً للاختراع الحالى 10 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 جيس كرابط هيدروليكى؛ المفضل، فى حالة الرابط الهيدروليكى جيس، 15 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.
- 20 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 الجيس هيمي هيدرات سلفات كالسيوم أو انهيدريت، الأفضل هو هيمي 25 هيدرات سلفات كالسيوم.

- تعمل التركيبات الجافة التي 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.
- 5 قد يتم أيضاً تقوية تركيبات الرابط الهيدروليكي الجافة المعتمدة على الأسمنت بواسطة ألياف لتصنيع الأسمنت الليفي 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.
- 10 مكونات إضافية تقليدية لتركيبات الرابط الهيدروليكي الجافة المعتمدة على الأسمنت هي الركام الناعم والخشن (الرمل و/أو الحصى).
- وإلى جانب الأسمنت و/أو الجبس، عامل الاحتفاظ بالماء وربما الركامات، هناك إضافات مختلفة أخرى والتي يمكن إضافتها إلى تركيبة الرابط الهيدروليكي وفقاً للاختراع قبل أو أثناء الخلط مع الماء.
- 15 الروابط البوليمرية العضوية هي مكونات إضافية تقليدية لتركيبات الرابط الهيدروليكي للمواد اللاصقة للبلاط، مركبات الربط والأرضيات ذاتية التسوية؛ يوجد كربونات الكالسيوم عادة في الجبس ومؤن الأسمنت والجص، في مركبات الربط وتركيبات الأرضية ذاتية التسوية.
- يتم عادةً تصنيف المضافات الكيميائية الأخرى التي قد توجد وفقاً لوظيفتها؛ وهي تعمل بمثابة مساعدات ملدنات وملدنات فائقة لجلب الهواء، خفض الماء، التأخير، التسريع.
- 20 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 الهيدروليكي من التركيبات الجافة الموصوفة سابقاً، عن طريق إضافة التركيبة الجافة تدريجياً إلى الماء والخلط.
- الكمية الصحيحة من الماء هي تلك التي تسمح بالحصول على العجينة في شكل ردة موحدة والتي يكون لها فاعلية جيدة.
- 25

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

الأمثلة

تحضير عوامل الاحتفاظ بالماء

تحضير 2- هيدروكسي بروبييل جالاكتومانان بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى

D- جالاكتوسيل حوالي 1:1

10 في 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 في 175 جم ماء. يستمر المزج لمدة 15 دقيقة عند درجة حرارة الغرفة. بعد تطهير جديد بنيتروجين يتم إضافة 410 جم أكسيد بروبييلين مع المزج لمدة 6 ساعات عند 65-70 درجة مئوية.

15 يتم تبريد خليط التفاعل عند 40 درجة مئوية ومعادلته بإضافة حمض خليك إلى أس هيدروجيني حوالي 5-6.5.

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

المنتج الناتج (HPFH) له $MS_{HP} = 1.5$

20 تحضير 2- هيدروكسي بروبييل-2- هيدروكسي-3-(2- إيثيل هكسيلوكسي) بروبييل

D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل حوالي 1:5

في 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 في 240 جم ماء/أيزوبروبانول. يستمر المزج لمدة 15 دقيقة عند درجة

حرارة 20 درجة مئوية؛ يتم إضافة 30 جم من 2- إيثيل- هكسيل جلايسيديل إيثير مخفف في 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.

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

يتم تقطير الأيزوبروبانول في فراغ لمدة 20 دقيقة

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

10 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 في جدول 1. يتم قياس لزوجات $RVT\ Brookfield\ @\ (V_B)$ لعوامل الاحتفاظ بالماء في 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 و 20 دورة في الدقيقة، وترد في جدول 1. 15

في الجداول التالية تمثل HPF, HPG, HPC e HPT على التوالي مشتقات الهيدروكسي بروبييل من الحلبة، صمغ الغار، صمغ كاسيا وصمغ تارا؛ وتمثل EHHPF, EHHPG, EHHPC, EHHPT على التوالي مشتقات 2- هيدروكسي بروبييل-2- هيدروكسي-3- (2- إيثيل هكسيلوكسي) بروبييل من الحلبة، صمغ الغار، صمغ كاسيا وصمغ تارا؛ تشير H و L إلى درجة استبدال الهيدروكسي بروبييل، H تعنى "عالي"، L تعنى "منخفض". 20

جدول 1

| رقم WRA | هوية WRA | MS _{HP} | DS _{AK} | V _B (ميغاباسكال*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 التي تشمل على عوامل الاحتفاظ بالماء بالأمثلة.

الطرق المستخدمة في اختبارات التطبيق هي ما يلي:

5

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 التي تشمل على أسمنت بورتلاند كرابط

10

هيدروليكي عن طريق إضافة 19 جزء من الوزن ماء و 0.1 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 في 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 |

5 * مقارن

تم تحضير تركيبة الجص التي تشتمل على جبس تركيبى كرابط هيدروليكي عن طريق إضافة 64 جزء من وزن الماء و 0.25 جزء من وزن WRA لكل 100 جزء من وزن الخليط الجاف (جبس 60% وزن، بيرليت 35% وزن، رمل 5% وزن). النتائج واردة في جدول 3

تم تحضير تركيبة الجص التي تشتمل على جبس طبيعى كرابط هيدروليكي عن طريق إضافة 33 جزء من الوزن ماء، 0.12 جزء من الوزن WRA و 0.05 جزء من الوزن معواق 10

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

النتائج الواردة في جدول 4

جدول 3 - جص جبس تركيبى

| رقم WRA | هوية WRA | WR (%) | C (مم) |
|---------|--------------------|----------------------|--------|
| 1 | HPF _H | 80 | 182 |
| *2 | HPF _L | (¹ n.d.) | 195 |
| 3 | EHHPC _H | 81.2 | 181 |
| 4 | HPC _H | 77.4 | 197 |
| *5 | HPC _L | n.d ¹⁾ | 182 |
| 6 | EHHPF _H | 83.8 | 163 |
| *7 | HPC _L | n.d ¹⁾ | 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 |

5 (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 |

- 17 -

| | | | |
|-----|------|--------------------|------|
| 169 | 87.4 | HPC _H | 8 |
| 176 | 91.4 | EHHPG _H | * 14 |

* مقارن

تبين النتائج أن مركبات جالاكتومانان هيدروكسي الكيل C₂-C₄ المستبدل بدرجة كبيرة بمتوسط نسبة وحدة -D مانوسيل إلى -D جالاكتوسيل مختلفة عن 1:2، المفضل التي تشمل على سلسلة الكيل، جميعها معدلات انسيابية ممتازة وعوامل احتفاظ بالماء 5 لتركيبات الرابط الهيدروليكي، على أساس كل من الجبس والأسمنت.

عناصر الحماية

1) تركيبة جافة تشتمل على رابط هيدروليكي ومن 0.05 إلى 2.0% وزن مركب واحد على الأقل الذي يمثل جالاكتومانان هيدروكسي الكيل C₂-C₄ بمتوسط نسبة وحدات D- مانوسيل إلى D- جالاكتوسيل يختلف عن 1:2 ولها استبدال مولارى لهيدروكسي الكيل C₂-C₄ من 0.7 إلى حوالى 3.

2) التركيبة الجافة وفقاً لعنصر 1 والتي فيها الجالاكتومانان هيدروكسي الكيل هو جالاكتومانان هيدروكسي بروبييل.

3) التركيبة الجافة وفقاً لعنصر 1 أو 2 والتي يشتمل الجالاكتومانان هيدروكسي الكيل على سلاسل الكيل C₆-C₂₂ خطية أو متفرعة.

4) التركيبة الجافة وفقاً لعنصر 3 والتي يشتمل الجالاكتومانان هيدروكسي الكيل على سلاسل الكيل C₆-C₈ خطية أو متفرعة بدرجة استبدال الكيل من 0.005 إلى 0.10.

5) التركيبة الجافة وفقاً لعنصر 4 حيث الجالاكتومانان هيدروكسي الكيل هو 2- هيدروكسي بروبييل-2- هيدروكسي-3-(2- إيثيل هكسيلوكسي) بروبييل جالاكتومانان.

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

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

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

- 19 -

9) 2- هيدروكسى بروبييل-2- هيدروكسى-3-(2- إيثيل هكسيلوكسى) بروبييل 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.

5 (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.



**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 | |
| <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport | |
| <input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité | |
| <input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés | |
| Partie 2 : Rapport de recherche | |
| Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité | |
| <input type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de clarté | |
| <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle | |
| <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée | |
| <input type="checkbox"/> Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention | |
| Examineur: A EL KADIRI | Date d'établissement du rapport : 15/03/2018 |
| Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00 |  |

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.