



(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 39160 B1** (51) Cl. internationale : **C04B 111/00; C04B 28/14; C04B 24/12**
- (43) Date de publication : **30.11.2017**

-
- (21) N° Dépôt : **39160**
- (22) Date de Dépôt : **23.12.2014**
- (30) Données de Priorité : **03.01.2014 FR 1450027**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/FR2014/053525 23.12.2014**
- (71) Demandeur(s) : **SAINT-GOBAIN PLACO, 34 Avenue Franklin Roosevelt F-92150 Suresnes (FR)**
- (72) Inventeur(s) : **CHUDA, Katarzyna ; DEMATHIEU-ROELTGEN, Caroline**
- (74) Mandataire : **SABA&CO**

-
- (54) Titre : **MATERIAU A BASE DE PLATRE RENFERMANT UN COMPLEXE METALLIQUE D'EDTA**
- (57) Abrégé : La présente invention se rapporte à un matériau à base de plâtre, en particulier une plaque de plâtre destinée à l'aménagement intérieur de bâtiments d'habitation, qui renferme un complexe métallique d'EDTA. Elle a également pour objet l'utilisation dudit matériau pour réduire la quantité de composés organiques volatils présents dans l'atmosphère à l'intérieur de bâtiments d'habitation, de bureaux ou publics.

ABREGE DESCRIPTIF

La présente invention se rapporte à un matériau à base de plâtre, en particulier une plaque de plâtre destinée à l'aménagement intérieur de bâtiments d'habitation, qui renferme un complexe métallique d'EDTA.

Elle a également pour objet l'utilisation dudit matériau pour réduire la quantité de composés organiques volatils présents dans l'atmosphère à l'intérieur de bâtiments d'habitation, de bureaux ou publics.

**MATERIAU A BASE DE PLATRE RENFERMANT UN COMPLEXE
METALLIQUE D'EDTA**

5 L'invention se rapporte à un matériau à base de plâtre apte à réduire la quantité de composés organiques volatils présents dans l'air ambiant, en particulier une plaque de plâtre destinée à l'aménagement intérieur de bâtiments d'habitation.

10 Des matériaux composites très divers sont utilisés dans le domaine de la construction et de l'agencement de bâtiments en général, notamment des immeubles d'habitation ou de bureaux et des bâtiments publics (musées, écoles, cinémas, salles de concert, ...). Certains de ces matériaux tels que les isolants acoustiques et/ou thermiques, les panneaux de bois, les éléments de mobilier et de décoration, utilisent des adhésifs, des peintures et des vernis à
15 base de résines qui renferment ou libèrent dans le temps des composés organiques volatils. Ces composés se retrouvent dans l'air ambiant et, même si leur quantité paraît faible, ils peuvent à la longue incommoder voire affecter la santé des personnes qui y sont exposées.

20 Ces dernières années, la proportion de composés organiques volatils dans les résines précitées a fortement diminué du fait d'une réglementation plus stricte. Pour autant, les tentatives pour remplacer ces résines par d'autres sans composés organiques volatils n'ont pas abouti car les résines de substitution proposées ont un coût plus élevé et les produits obtenus ont un niveau de performance plus faible.

25 La présente invention a pour but de réduire la teneur en composés organiques volatils à l'intérieur des bâtiments; en particulier à usage d'habitation ou de bureau, et de bâtiments publics afin d'améliorer la qualité de l'air ambiant. Les composés organiques volatils visés sont plus particulièrement des aldéhydes, des cétones et des composés aromatiques.

30 Pour atteindre ce but, la présente invention propose un matériau à base plâtre, notamment une plaque de plâtre, qui renferme un complexe métallique d'acide éthylène diamine tétraacétique (ci-après dénommé « complexe métallique d'EDTA »).

Un autre objet de l'invention concerne l'utilisation dudit matériau à base de plâtre pour réduire la quantité de composés organiques volatils dans l'air intérieur de bâtiments, en particulier des composés aromatiques et des cétones.

5 Dans la présente demande, l'expression « composé organique volatil » désigne un composé contenant du carbone et au moins un des éléments suivants : hydrogène, halogène, oxygène, soufre, phosphore, silicium et azote, à l'exception des oxydes de carbone et des carbonates et bicarbonates inorganiques, qui possède une pression de vapeur au moins égale à 0,01 kPa à
10 une température de 293,15°K. Les composés organiques volatils tout particulièrement visés par la présente invention sont des composés contenant du carbone, de l'hydrogène et de l'oxygène, notamment les composés aromatiques et les cétones.

Dans le complexe métallique d'EDTA conforme à l'invention, le métal
15 est de préférence choisi parmi le sodium, le potassium, le calcium, le cérium, le fer, le cuivre et le zinc, et avantageusement le zinc.

La quantité totale de complexe métallique d'EDTA à utiliser varie généralement de 0,0001 à 40 parts en poids pour 100 parts en poids de plâtre, de préférence de 0,001 à 10 parts et avantageusement de 0,05 à 5 parts.

20 Le matériau à base de plâtre peut contenir en outre des additifs qui améliorent les propriétés physico-chimiques du produit final et permettent d'obtenir de bonnes conditions de fabrication et d'application. Ledit matériau peut ainsi comprendre les additifs suivants dans les proportions pondérales suivantes, exprimées pour 100 parts en poids de plâtre :

25 - 0,1 à 15 parts d'un agent d'adhésion dont la fonction est d'augmenter l'adhésion du revêtement en papier avec le plâtre, par exemple un amidon, notamment préalablement traité avec un acide, une dextrine ou une farine végétale, notamment de blé ou de maïs,

30 - 0,001 à 10 parts d'un accélérateur de prise, par exemple le sulfate de calcium hydraté ou le sulfate de potassium,

- 0 à 10 parts d'un biocide, par exemple le sodium omadine,

- 0,0001 à 1 part d'un agent moussant qui a pour rôle de créer des pores afin de diminuer la densité du produit final, en particulier de plaques de plâtre. A titre d'exemple, on peut citer le laurylsulfate de sodium,

- 0 à 10 parts d'au moins un agent hydrofugeant, par exemple un siloxane ou un polysiloxane,

- 0 à 20 parts d'au moins un agent anti-feu, par exemple la vermiculite, la silice, notamment de dimension micrométrique, une argile ou des fibres
5 métalliques,

- 0 à 20 parts d'au moins un agent de renforcement, par exemple des fibres de polymère, des fibres minérales, notamment en verre, et des fibres animales ou végétales,

- 0 à 20 parts d'au moins un agent apte à piéger le formaldéhyde, par
10 exemple l'acétoacétamide, le dihydrazide d'acide adipique et une protéine, et

- 0 à 20 parts d'un matériau présentant une surface spécifique élevée, par exemple un charbon actif ou une zéolithe.

La fabrication de panneaux de plâtre, en particulier une plaque de plâtre, est connue en soi.

15 Bien que l'invention soit plus particulièrement décrite au regard de panneaux de plâtre, elle n'est pas limitée à ce type de matériau et comprend les matériaux à base de plâtre sous quelque forme que ce soit (poudre, enduit, mortier, mastic, carreau).

La plaque de plâtre est formée selon un procédé en continu qui consiste
20 à mélanger du gypse calciné en poudre (hémihydrate de sulfate de calcium) avec de l'eau pour former une pâte qui est déposée en continu entre deux feuilles de papier. Le produit formé est pressé pour obtenir l'épaisseur désirée, puis il est transporté en continu sur un convoyeur sur une distance permettant à la pâte d'atteindre un niveau de durcissement suffisant pour pouvoir être
25 découpé en plaques de longueur déterminée. Les plaques sont ensuite séchées dans un four afin d'éliminer l'excès d'eau.

Classiquement, les composants en poudre de la pâte comprennent l'hémihydrate de sulfate de calcium ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$; gypse calciné) et les éventuels additifs décrits plus haut. Le gypse calciné subit une réaction
30 d'hydratation en présence d'eau et se transforme en dihydrate de sulfate de calcium ($\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$; gypse).

La quantité de gypse calciné mis en œuvre pour former la pâte varie selon la nature du panneau à fabriquer, généralement de 40 à 150 parts en poids pour 100 parts en poids d'eau et de préférence de 60 à 120 parts.

L'épaisseur du panneau peut varier dans une large mesure, par exemple de 6 à 25 millimètres.

Le complexe métallique d'EDTA peut être introduit dans la plaque de plâtre de différentes manières.

5 Selon un premier mode de réalisation, préféré, on ajoute le complexe métallique d'EDTA dans la pâte de gypse calciné avant que celle-ci soit déposée entre les feuilles de papier.

L'ajout du complexe métallique d'EDTA peut se faire pendant la fabrication de la pâte, par exemple en introduisant simultanément ou
10 successivement le gypse calciné et les composés précités dans l'eau, ou après que la pâte ait été obtenue. L'ajout simultané des constituants est avantageux car plus facile à mettre en œuvre.

Ce mode de réalisation permet d'avoir une répartition homogène du complexe métallique d'EDTA dans la pâte. Selon un deuxième mode de
15 réalisation, on dépose sur la première feuille de papier (inférieure) une couche de faible épaisseur, généralement inférieure à 2 mm, de préférence inférieure à 1 mm, une pâte de gypse calciné contenant le complexe métallique d'EDTA, puis la pâte de gypse calciné, et enfin la deuxième feuille de papier (supérieure). L'application de la pâte contenant le complexe métallique d'EDTA
20 peut se faire par tout moyen connu de l'homme du métier, par exemple par la technique d'enduction au rouleau (roller coating). Cette manière de procéder permet l'application du complexe d'EDTA sur une face de la plaque de plâtre et sur une partie seulement de l'épaisseur.

Selon un troisième mode de réalisation, on ajoute le complexe
25 métallique d'EDTA dans ou sur la ou les feuilles de papier servant de revêtement. L'ajout peut se faire lors de la fabrication du papier, par exemple dans la suspension de fibres de cellulose, ou sur au moins une face de la feuille de papier, par exemple par pulvérisation.

Le matériau à base de plâtre conforme à la présente invention peut se
30 présenter sous la forme d'une poudre (plâtre, enduit, mortier), d'une pâte (mastic, matériau de jointement), d'un carreau ou d'un panneau de plâtre. S'agissant plus particulièrement du panneau de plâtre, celui-ci peut être une plaque nue ou revêtue sur au moins une de ses faces d'une feuille de papier,

un panneau acoustique comportant des perforations, un panneau de plâtre et de laine minérale ou de bois, une plaque renforcée par des fibres ou un tissu.

Le matériau à base de plâtre conforme à l'invention peut être utilisé sur les murs, les plafonds et les sols, notamment pour revêtir ou jointer des
5 panneaux de plâtre ou de ciment ou, s'agissant de panneaux, pour former des parements, des cloisons et des faux-plafonds.

L'utilisation du matériau à base de plâtre à l'intérieur d'un bâtiment sur un lieu d'habitation, public ou de travail permet de réduire la quantité de composés organiques volatils présents dans l'atmosphère qui de ce fait se
10 trouve ainsi assainie.

Les exemples qui suivent permettent d'illustrer l'invention sans toutefois la limiter.

EXEMPLE 1

a) fabrication du matériau à base de plâtre

15 Dans un mélangeur, on introduit 995 g d'hémihydrate de sulfate de calcium, 5,2 g d'amidon, 0,1 g de gypse broyé, 1,2 g de complexe zinc-EDTA (commercialisé par la société Synthron) et 850 g d'eau.

Le mélange est agité pendant 60 secondes afin d'obtenir une pâte.

La pâte est versée dans un moule en laiton (250 mm x 200 mm) revêtu
20 intérieurement sur sa face inférieure d'une feuille de papier, puis une deuxième feuille de papier découpée aux dimensions du moule est appliquée sur la pâte.

Après la prise en masse, la plaque de plâtre est sortie du moule. Elle est ensuite séchée dans une étuve dont l'atmosphère est saturée en eau dans les conditions suivantes : à 180°C jusqu'à ce que 80 % de l'eau soit éliminée, à
25 100°C jusqu'à ce que 95 % de l'eau soit éliminée et à 40°C pendant 24 heures.

La plaque est emballée dans un sac étanche à l'air et aux rayons ultraviolets.

A titre de comparaison, on a préparé dans les mêmes conditions une plaque ne contenant pas de complexe zinc-EDTA (exemple comparatif).

30 b) aptitude à piéger les composés organiques volatils

La mesure de l'aptitude à piéger les composés organiques volatils (benzène, xylène et cyclohexanone) est effectuée dans une chambre de test étanche aux gaz.

La plaque de plâtre (100 mm x 20 mm ; 125 g) est placée dans la chambre de test, puis la chambre est fermée hermétiquement. On fait circuler dans la chambre un flux continu d'air (humidité relative : 50 %) contenant 20 ppb du composé organique volatil à tester à raison de 250 ml/min.

5 La mesure de la quantité de composé organique volatil est effectuée en temps réel au moyen d'un spectromètre de masse FTICR (Fourier Transform Ion Cyclotron Resonance) pourvu d'un aimant de 1 Tesla. Le principe de la mesure est le suivant : on utilise une membrane plate semi-poreuse en polydiméthylsiloxane (PDMS) faisant office de barrière entre la pression à la sortie de la chambre (pression atmosphérique) et le vide du spectromètre de masse. La différence de pression de part et d'autre de la membrane et le caractère semi-poreux de la membrane font que les composés organiques volatils migrent plus rapidement à travers la membrane que les autres molécules contenues dans l'air injecté (oxygène, azote, argon, gaz carbonique et eau). Il en résulte un enrichissement en composés organiques volatils d'où une plus grande sensibilité de la détection par le spectromètre de masse.

15 Les résultats donnés dans le tableau suivant correspondent à une valeur moyenne établie sur une série de trois échantillons d'une même plaque de plâtre. Le tableau indique le pourcentage de réduction de la teneur des
20 composés organiques volatils ci-après :

	Benzène (%)	Xylène (%)	Cyclohexanone (%)
Ex. 1	52	52	70 25
Ex. comparatif	0	0	0

عناصر الحماية

1. مادة أساسها جصن، تتميز بأنها تحتوي على معقد الزنك لـ EDTA.
2. مادة وفقاً لعنصر الحماية 1، تتميز بأن إجمالي كمية المعقد الزنك لـ EDTA تتراوح من 0.0001 إلى 40 جزء بالوزن لكل 100 جزء بوزن الجصن، يفضل من 0.001 إلى 10 أجزاء وبصورة مجدية من 0.05 إلى 5 أجزاء.
3. مادة وفقاً لأحد عناصر الحماية 1 إلى 2، تتميز بأنها تشتمل على مواد الإضافة التالية في نسب الوزن التالية، المعبر عنها لكل 100 أجزاء بوزن الجصن:
 - 0.1 إلى 15 جزء من عامل الالتصاق على سبيل المثال النشا، خاصة المعالج مسبقاً بالحمض، دكستريين أو دقيق نباتي، 10
 - 0.01 إلى 10 أجزاء من مسارع التجمد، على سبيل المثال سلفات كالسيوم مميأة أو سلفات بوتاسيوم،
 - صفر إلى 10 أجزاء من مبيد حيوي، على سبيل المثال أومادين صوديوم،
 - 0.0001 إلى 1 جزء من عامل الإرغاء، على سبيل المثال ذكره صوديوم لاوريل سلفات،
 - صفر إلى 10 أجزاء من طارد الماء الواحد على الأقل، على سبيل المثال سيلوكسان، أو بولي سيلوكسان، 15
 - صفر إلى 20 جزء من مثبت الحريق الواحد على الأقل، على سبيل المثال فيرميكوليت، سيليك، الطفل أو ألياف فلزية،
 - صفر إلى 20 جزء من معزز واحد على الأقل، على سبيل المثال ألياف بوليمر، ألياف معدنية، خاصة ألياف زجاجية، وألياف حيوانية أو نباتية، 20

- صفر إلى 20 جزء من العامل القادر على احتجاز فورمالديهايد، على سبيل المثال أسيثوأسيتاميد، حمض أدبييك داي هيدرزيد وبروتين،
- صفر إلى 20 جزء من المادة التي تتضمن مساحة سطحية محددة، على سبيل المثال، فحم نباتي فعال أو زيوليت.
- 5 4. مادة وفقاً لأي من عناصر الحماية 1 إلى 3، تتميز بأنها تكون في شكل مسحوق، معجون أو لوح مجصص.
5. مادة وفقاً لعنصر الحماية 4، تتميز بأنها تكون لوح مجصص.
6. استخدام مادة وفقاً لأحد عناصر الحماية 1 إلى 5، لتقليل كمية المركبات العضوية المتطايرة في الهواء الداخلي للمباني.
- 10 7. استخدام وفقاً لعنصر الحماية 6، تتميز بأن المركبات العضوية المتطايرة تكون مركبات أروماتية ومركبات كيتون.



**RAPPORT DE RECHERCHE DEFINITIF AVEC OPINION
SUR LA BREVETABILITE**

*Établi conformément à l'article 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 : 39160	Date de dépôt : 23/12/2014
	Date d'entrée en phase nationale : 01/07/2016
Déposant : SAINT-GOBAIN PLACO	Date de priorité: 03/01/2014
Intitulé de l'invention : MATERIAU A BASE DE PLATRE RENFERMANT UN COMPLEXE METALLIQUE D'EDTA	
Classement de l'objet de la demande : CIB : C 04B 111/00, C 04B 28/14, C 04B 24/12	
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	
Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité	
<input type="checkbox"/> Cadre 3 : Remarques de clarté <input type="checkbox"/> Cadre 4 : Observations à propos de revendications modifiées qui s'étendent au-delà du contenu de la demande telle qu'initialement déposée <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: A EL KADIRI	Date d'établissement du rapport : 15/11/2017
Téléphone: (+212) 5 22 58 64 14	



Partie 1 : Considérations générales**Cadre 1 : base du présent rapport**

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

- Demande telle qu'initialement déposée
- Demande modifiée suite à la notification du rapport de recherche préliminaire :
 - Revendications
7
- Observations à l'appui des revendications maintenues
- Observations des tiers suite à la publication de la demande
- Réponses du déposant aux observations des tiers
- Nouveaux documents constituant des antériorités :
 - Suite à la recherche complémentaire (*Couvrant les documents de l'état de la technique qui n'étaient pas disponibles à la date de la recherche préliminaire*)

Référence document ; Déposant ; Date
 - Suite à la recherche additionnelle (*couvrant les éléments n'ayant pas fait l'objet de la recherche préliminaire*)

Référence document ; Déposant ; Date

Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité**Cadre 5: Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle**

Nouveauté (N)	Revendications 3, 5-7 Revendications 1-2, 4	Oui Non
Activité inventive (AI)	Revendications 3, 5-7 Revendications 1-2, 4	Oui Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-7 Revendications aucune	Oui Non

D1 : GB2140794 A
D2 : EP2327672 A1
D3 : US6964142 B1
D4 : JPH11303303 A
D5 : JP2001323637 A
D6 : US2004101695 A1
D7 : JP2002145655 A
D8 : EP1847318 A2

1. Nouveauté (N) :

D1 divulgue (abrégé; page 6, ligne 47 - ligne 54; table IV, revendications 1-4) un matériau comprenant 76,1 g de plâtre et 0,6 g d'un complexe métallique d'EDTA (= 0,78 parts en poids pour 100 parts en poids de plâtre) de sodium, potassium ou calcium. Il se présente sous la forme d'une pâte.

Par conséquent, l'objet des revendications 1-2, 4 manque de nouveauté conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Aucun document de l'état de l'art D1-D8 ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques contenues dans les revendications 3, 5-7, par conséquent, l'objet des revendications 3, 5-7 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) :

D2, qui est considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 3, divulgue (abrégé; revendications 1-14) un matériau à base de plâtre qui se présente en forme d'un panneau, qui comprend 0,001 - 5 parts en poids pour 100 parts en poids de plâtre, d'un agent pour piéger le formaldéhyde, notamment choisi entre éthylène-urée et ses dérivés, composants comprenant méthylène active, sulfites, tannins ou leur mélanges. Ce matériau comprend en outre les additifs suivants dans les proportions pondérales suivantes, exprimées pour 100 parts en poids de plâtre:

- 0,1 à 15 parts d'un agent d'adhésion, par exemple un amidon, notamment préalablement traité avec un acide, une dextrine ou une farine végétale,

- 0,001 à 10 parts d'un accélérateur de prise, par exemple le sulfate de calcium hydrate ou le sulfate de potassium,

- 0,0001 à 1 part d'un agent moussant, par exemple le laurylsulfate de sodium.

Par conséquent, l'objet de la revendication 3 diffère de ce produit connu en ce que le matériau renferme un complexe métallique d'EDTA comme agent capable de piéger des composés organiques volatils présents dans l'air ambiant dans l'intérieur de bâtiments d'habitation;

Le problème que la présente invention se propose de résoudre peut donc être considéré comme proposer un matériau à base de plâtre alternatif apte à réduire la quantité de composés organiques volatils présents dans l'air ambiant.

La solution à ce problème, proposée dans la revendication 3 de la présente demande, est considérée comme impliquant une activité inventive pour les motifs suivants:

En consultant l'état de l'art pertinent, l'homme de métier trouve d'autres agents utilisés pour le même but: le marc de café (D3), le thé vert (D4), amido ammonium sulfate (D5), urée et/ou mélamine (D6), hydrazines (D7), le charbon actif (D8).

L'EDTA est connu dans l'état de la technique comme chélatant (D1). Il n'est pas évident pour l'homme de métier qu'un agent chélatant peut fonctionner comme agent piégeant pour les composés organiques volatils présents dans l'air ambiant.

Le même raisonnement s'applique à l'objet de la revendication indépendante 6 correspondante à l'utilisation en tenant dument compte de sa catégorie; il est considéré comme inventif.

La revendication 5 dépend de la revendication 3 et satisfait donc également, en tant que telle, aux exigences d'activité inventive.

La revendication 7 dépend de la revendication 6 et satisfait donc également, en tant que telle, aux exigences d'activité inventive.

Par conséquent, l'objet des revendications 3, 5-7 implique une activité inventive conformément à l'article 28 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.