

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
9 février 2012 (09.02.2012)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2012/017169 A1

(51) Classification internationale des brevets :
C04B 24/04 (2006.01) C04B 40/00 (2006.01)
C04B 28/02 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2011/051757

(22) Date de dépôt international :
20 juillet 2011 (20.07.2011)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
10 56412 3 août 2010 (03.08.2010) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :
BOSTIK S.A. [FR/FR]; 16-32, rue Henri Regnault, La
Défense 6, F-92400 Courbevoie (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) :
KURYATNYK, Tetyana [UA/FR]; 117, rue Seville Apt
31, F-77550 Moissy Cramayel (FR). MABIRE, Philippe
[FR/FR]; 19, Villa des Roseraies, F-91080
Courcouronnes (FR). FOUQUAY, Stéphane [FR/FR]; 6,
parc de Lyons, F-76130 Mont Saint Aignan (FR).

(74) Mandataire : GRANET, Pierre; BOSTIK S.A. - DPI,
16-32, rue Henri Regnault, La Défense 6, F-92902 Paris
(FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,

AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ,
CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP,
KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD,
ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI,
NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD,
SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR,
TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,
TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU,
LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

— relative au droit du déposant de demander et d'obtenir un
brevet (règle 4.17.ii)

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

— avant l'expiration du délai prévu pour la modification des
revendications, sera republiée si des modifications sont
reçues (règle 48.2.h)

(54) Title : PULVERULENT MORTAR COMPOSITION HAVING IMPROVED ADHESION

(54) Titre : COMPOSITION PULVERULENTE DE MORTIER A ADHERENCE AMELIOREE

(57) Abstract : Pulverulent mortar composition comprising a mineral binder, an inert material in the form of aggregate capable of being agglomerated in aqueous phase by means of said binder, and 0.2 to 1% of a fluid additive comprising 25 to 100% of a linear or branched, saturated or unsaturated hydrocarbon compound (i) which is liquid at room temperature and which includes one or more -COO- ester groups, the total weight of which, relative to the molar mass of said compound, is between 20 and 50%. Use for preparing an adhesive mortar for fixing ceramic tiles.

(57) Abrégé : 1) Composition pulvérulente de mortier comprenant un liant minéral, un matériau inerte sous forme de granulat susceptible d'être aggloméré en phase aqueuse au moyen dudit liant, et de 0,2 à 1 % d'un additif fluide comprenant de 25 à 100 % d'un composé hydrocarboné linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé (i) liquide à température ambiante et qui inclut un ou plusieurs groupe ester -COO- dont le poids total, relatif à la masse molaire dudit composé, est compris entre 20 et 50 %. 2) Utilisation en vue de la préparation d'un mortier-colle pour fixer des carreaux de céramique.



WO 2012/017169 A1

Composition pulvérulente de mortier à adhérence améliorée

La présente invention a pour objet une composition pulvérulente de mortier, notamment en vue d'une utilisation comme colle pour carrelage, qui permet d'obtenir des caractéristiques d'adhérence améliorées pour les carreaux de céramique collés, notamment après contact avec l'eau, tout en présentant une quantité de poussières inhalables réduite.

Les mortiers destinés à une utilisation comme colle pour carrelage sont également appelés mortiers-colles. Ils sont bien connus et largement utilisés pour fixer les carrelages (désignés également par les termes de revêtements ou carreaux de céramique) sur des supports tant horizontaux (sols ou chapes) que verticaux (murs et cloisons), que ce soit à l'intérieur ou à l'extérieur des habitations. Ils se présentent sous la forme de poudre et comprennent différents ingrédients, notamment :

- des liants, et
- des granulats de matériaux inertes, susceptibles d'être agglomérés en phase

aqueuse au moyen desdits liants pour former un agrégat.

Les liants mis en œuvre peuvent être minéraux ou organiques.

Les liants minéraux comprennent des liants hydrauliques (c'est-à-dire des liants insolubles dans l'eau qui font prise et durcissent par réaction chimique avec l'eau) et également des liants non hydrauliques (autrement dit des liants qui sont solubles dans l'eau et durcissent par séchage).

Parmi les liants minéraux hydrauliques, on peut citer :

- les ciments, comme le ciment Portland, les ciments composés (mélange de ciment Portland et d'un autre produit tel que laitier de haut fourneau, cendres volantes, schistes calcinés, calcaire, métakaolin), les ciments alumineux, les ciments sulfo-alumineux ;
- la chaux hydraulique.

Parmi les liants minéraux non hydrauliques, on peut citer la chaux aérienne, les sulfates comme le gypse, le plâtre, l'anhydrite.

Quant aux liants organiques, ils sont généralement à base de résines d'origine animale ou végétale ou plus souvent de résines de synthèse.

On peut donner comme exemples de granulats de matériaux inertes : le sable (notamment siliceux ou calcaire), les gravillons, l'argile expansée, la pouzzolane, les billes de verres, les barytes, hématites, laitiers, ou encore la brique ou le béton broyés.

La poudre sous la forme de laquelle se présente un mortier, notamment un mortier-colle, est obtenue industriellement par simple mélange de ses divers ingrédients qui se présentent eux-mêmes généralement sous la forme de solides à l'état pulvérulent. Cette poudre est mise en œuvre, lors de l'utilisation, par mélange avec de l'eau (également désignée par le terme de gâchage). Le produit ainsi obtenu a un aspect homogène et plastique, et une consistance qui lui permet, dans le cas d'un mortier-colle, d'être étalé sur le support à carreler et/ou sur l'envers des carreaux (à la truelle et/ou à la spatule dentée), de manière à constituer une couche régulière de quelques millimètres d'épaisseur qui unit les carreaux de céramique au support, résultant en un assemblage cohésif stable dans le temps.

Les particules solides constitutives des mortiers ont une taille qui peut aller d'une dizaine à quelques centaines de micromètres et être, pour certaines, susceptibles de produire une émission de poussières en suspension dans l'air et potentiellement inhalables. Cette émission de poussières inhalables, qui est susceptible de se produire soit au stade de la fabrication industrielle soit au moment de la manipulation du produit par l'utilisateur, avant et pendant le gâchage à l'eau, est un inconvénient des mortiers, notamment des mortiers-colles, qui pose des problèmes d'hygiène industrielle et fait l'objet d'une réglementation sur la protection des travailleurs.

La demande de brevet WO 2006/084588 concerne le problème de la réduction des émissions de poussière durant la manipulation de matériaux pulvérulents à prise hydraulique ou à base de ciment. Elle enseigne dans ce but l'utilisation d'hydrocarbures ou mélanges d'hydrocarbures, notamment liquides, et de préférence d'hydrocarbures aliphatiques saturés comme les huiles minérales.

La demande internationale WO 2007/051817 préconise l'incorporation, dans la composition de mortier, d'un additif fluide constitué d'au moins une substance organique hydrocarbonée apolaire choisie parmi les huiles minérales, les huiles paraffiniques, les paraffines ou les polyoléfinés. Selon cette demande, l'incorporation dudit additif fluide à la composition de mortier n'entraîne aucune dégradation de ses caractéristiques physico-chimiques, incluant les caractéristiques d'adhérence.

Les caractéristiques d'adhérence figurent au premier rang des performances finales attendues des mortier-colles pour carrelages (ou revêtements de céramique). Ces caractéristiques sont généralement quantifiées par la détermination des contraintes maximales de rupture qui sont mesurées par des essais de résistance à l'arrachement effectués sur des carreaux collés sur une dalle de béton dans des conditions standards, conformément à la norme européenne EN 1348. Ces essais peuvent être effectués sur un assemblage qui, après sa réalisation, a été au préalable :

- soit simplement stocké durant environ 1 mois à température ambiante (pour la mesure de l'adhérence à sec),
- soit soumis à une immersion de 3 semaines dans l'eau (pour la mesure de l'adhérence après contact avec l'eau).

La détermination de l'adhérence après contact avec l'eau est particulièrement importante pour l'évaluation de la stabilité de l'assemblage qui résulte du collage d'un revêtement céramique sur un support extérieur à une habitation, et qui est donc exposé aux intempéries : il peut s'agir par exemple d'une façade ou d'une terrasse carrelées, ou encore d'un carrelage destiné au revêtement du bassin d'une piscine.

Contrairement à l'enseignement du document WO 2007/051817, la demanderesse a à présent trouvé, sur la base de nombreux essais, que l'introduction dans un mortier-colle d'une substance organique hydrocarbonée apolaire, telle qu'une huile d'hydrocarbures, a pour effet une diminution de l'adhérence, et tout particulièrement de l'adhérence après contact avec l'eau.

La présente invention a pour but de proposer une composition pulvérulente de mortier, utilisable notamment comme mortier-colle, qui comprend un additif fluide assurant à la composition une émission de poussières inhalables plus faible, et qui offre de plus d'excellentes performances d'adhérence à sec et, plus particulièrement, d'adhérence après contact avec l'eau.

L'invention a donc pour objet une composition pulvérulente de mortier, qui comprend :

- de 10 à 60 % d'un liant minéral,
- de 40 à 90 % d'un matériau inerte sous forme de granulat susceptible d'être aggloméré en phase aqueuse au moyen dudit liant,
- de 0,2 à 1 % d'un additif fluide comprenant de 25 à 100 % d'un composé hydrocarboné linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé (i) qui est liquide à température ambiante

et qui inclut un ou plusieurs groupe ester –COO– dont le poids total, relatif à la masse molaire dudit composé (i), est compris entre 20 et 50 % .

Il a été trouvé que le choix de ce composé organique polaire spécifique conduit à un mortier-colle possédant, outre une émission réduite en poussières inhalables, de hautes performances en matière d'adhérence, et notamment d'adhérence après contact avec l'eau. Avantageusement l'adhérence après contact avec l'eau est maintenue à un niveau très élevé, supérieur ou égal à 0,95 MPa.

En l'absence d'indications contraires, il est précisé que les pourcentages utilisés dans le présent texte pour quantifier la teneur en composants de la composition selon l'invention ou de l'additif fluide sont des pourcentages poids/poids. De même, l'article indéfini « un » ou « une » utilisé pour désigner les composants desdits composition ou additif doit s'entendre de « un ou plusieurs » composants.

Le liant minéral, hydraulique ou non hydraulique, mis en œuvre dans la composition de mortier selon l'invention peut être choisi parmi ceux cités précédemment, pris isolément ou en mélange.

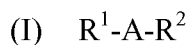
Le granulats de matériau inerte peut également être sélectionné parmi les matériaux cités précédemment, pris isolément ou en mélange.

On utilise de préférence comme liant minéral du ciment, et encore plus préférentiellement du ciment Portland et/ou du ciment alumineux et comme granulats de matériau inerte du sable, notamment siliceux ou calcaire.

Le composé (i) compris dans l'additif fluide incorporé dans la composition pulvérulente selon l'invention est de préférence un mono, di, tri ou tétra ester (ou un mélange de tels composés), que l'on désigne dans la suite du présent texte par la dénomination de « huile ester ».

Selon une variante préférée de la composition selon l'invention, le composé (i) est choisi dans le groupe comprenant :

(a) les mono-esters de formule :



dans laquelle :

- R^1 et R^2 sont identiques ou différents et représentent un radical hydrocarboné linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 1 à 10 atomes de carbone et éventuellement substitué par un groupe –OH ou –SH ;

- A représente un groupe ester de formule –(CO)O– ou –O(CO)– ;

(b) les di-esters de formule :



dans laquelle :

- R^3 et R^5 sont identiques ou différents et représentent un radical hydrocarboné linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 1 à 20 atomes de carbone et éventuellement substitué par un groupe $-OH$ ou $-SH$;
- R^4 est un radical divalent dérivant du radical monovalent ayant la même signification que les radicaux R^3 ou R^5 définis précédemment ;
- A^1 et A^2 sont identiques ou différents et ont la même signification que le radical A défini précédemment ;

(c) les tri-esters obtenus par condensation :

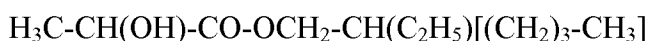
- d'un acide carboxylique linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 2 à 20 atomes de carbone, éventuellement substitué par un groupe $-OH$ ou $-SH$, avec
- un composé hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 3 à 10 atomes de carbone parmi lesquels 3 atomes distincts sont liés chacun à un groupe $-OH$; et

(d) les tétra-esters obtenus par condensation :

- d'un acide carboxylique linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 2 à 20 atomes de carbone, éventuellement substitué par un groupe $-OH$ ou $-SH$, avec
- un composé hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 4 à 10 atomes de carbone parmi lesquels 4 atomes distincts sont liés chacun à un groupe $-OH$.

On peut donner comme exemple de composés (i) les composés suivants, largement disponibles au plan commercial :

- en tant que mono-ester : le lactate de 2-éthylhexyle (également dénommé le 2-éthylhexyl 2-hydroxypropanoate) de formule :



(poids molaire du groupe $-COO-$ égal à 22%)

- en tant que di-ester :

- l'ester de diéthyle de l'acide adipique (ou adipate de diéthyle), de formule :
 $\text{EtOCO}-(\text{CH}_2)_4-\text{COOEt}$ (poids molaire du groupe -COO- égal à 43 %)
- l'ester de diisobutyle de l'acide adipique (ou adipate de diisobutyle) de formule :
 $\text{iBuOCO}-(\text{CH}_2)_4-\text{COOiBu}$ (poids molaire du groupe -COO- égal à 34 %)
- en tant que tri ester le triester de glycérol et de l'acide caprique (ou tricaprylate de glycérol), de formule :
 $[(\text{C}_9\text{H}_{19})\text{COO}]\text{CH}_2-\text{CH}[\text{OCO}(\text{C}_9\text{H}_{19})]-\text{CH}_2[\text{OCO}(\text{C}_9\text{H}_{19})]$
(poids molaire du groupe -COO- égal à 24 %)
- en tant que tétra ester, le tétraester de pentaérythritol et de l'acide caprique (ou tétracaprylate de pentaérythritol), de formule :
 $\text{C}(\text{CH}_2-\text{OCO}-\text{C}_9\text{H}_{19})_4$ (poids molaire du groupe -COO- égal à 23 %)

Un composé organique polaire (i) incluant un ou plusieurs groupe ester pour un poids total compris entre 30 et 50 % est plus particulièrement préféré, tel que l'adipate de diéthyle et/ou de diisobutyle.

Selon une variante de la composition selon l'invention, l'additif fluide peut comprendre outre les 25 à 100 % du composé organique polaire (i) susdit, de 0 à 75 % d'un composé organique apolaire (ii) liquide à température ambiante. Ledit composé (ii) est généralement choisi parmi les huiles d'origine minérale, les huiles paraffiniques, les polyoléfiniques ou les mélanges de ces substances. On le désigne ci-après également par l'appellation d' « huile d'hydrocarbures ». On peut citer comme exemples de produits commerciaux couverts par (ii) :

- le Lytol et le Sementol 70/28 qui sont des huiles blanches minérales commercialisées par la société Sonneborn ayant pour viscosité (mesurée à 23 °C par un viscosimètre Brookfield équipé du mobile 2V100 selon la norme ASTM D 445) les valeurs respectives : 28 et 56 mPa.s.
- l'Hydrosol G3H (de la société Total) qui est un mélange de distillats moyens de pétrole hydrotraités ayant une viscosité (mesurée dans les mêmes conditions que précédemment) de 24 mPa.s,
- le Nexbase® 2002 (Neste Oil) qui est une huile synthétique constituée essentiellement de 1-décène dimérisé et hydrogéné.

Alors que l'introduction, dans une composition de mortier-colle, d'un additif fluide consistant exclusivement du composé (ii) conduit à une diminution des caractéristiques d'adhérence, l'introduction du composé (i) ou de son mélange avec le composé (ii) dans les

proportions indiquées permet avantageusement de maintenir les performances d'adhérence, y compris après contact avec l'eau, à un niveau très élevé, de préférence supérieur ou égal à 0,95 MPa.

Selon une variante préférée de l'invention, la composition comprend de 20 à 40 % du liant minéral et de 60 à 70 % du matériau inerte sous forme de granulat.

Selon encore une variante préférée de l'invention, l'additif fluide est compris dans la composition de mortier à raison de 0,3 à 0,6 %.

On préfère une composition selon l'invention qui comprend en outre, comme liant organique, de 1 à 10 %, de préférence 2 à 7 %, d'un copolymère comprenant un (ou plusieurs) ester vinylique et, éventuellement, un ester maléïque. De tels produits sont couramment disponibles dans le commerce souvent en mélange avec des charges inertes, comme par exemple l'Axilat™ UP 620E (environ 90 % en poids de copolymère d'acétate de vinyle, de versatate de vinyle et d'ester maléïque) et l'Axilat™ PAV 51 (environ 90 % en poids de copolymère d'acétate de vinyle et de versatate de vinyle) de la société Hexion.

Selon une variante de la composition selon l'invention, particulièrement préférée pour ses hautes performances d'adhérence, la composition comprend de 5 à 6 % de copolymère d'acétate de vinyle, de versatate de vinyle et d'ester maléïque.

La composition de mortier selon l'invention peut également comprendre des ingrédients connus de l'art, tels que :

- des charges de calcaire, dolomie et/ou silice sous forme de particules de taille inférieure à 50 μm , à raison d'une quantité allant de 0 à 25 %, de préférence de 2 à 15 % ;
- un agent rhéologique et/ou rétenteur d'eau, tel qu'un éther cellulosique, un dérivé d'amidon ou de gomme de guar, ou encore des fibres de cellulose, à raison d'une quantité allant de 0,3 à 1 %, de préférence de 0,3 à 0,7 % ;
- un agent accélérateur (de prise ou de durcissement) par exemple à base de sels de formiate ou de chlorure, à raison d'une quantité allant de 0,2 à 4 %, de préférence de 0,3 à 2 %.

La composition de mortier selon l'invention est préparée par simple mélange des ingrédients solides pulvérulents, et ajout de l'additif fluide par pulvérisation.

La présente invention concerne encore l'utilisation de la composition de mortier telle que définie précédemment pour son gâchage avec de l'eau en vue de la préparation d'un mortier, d'un enduit mural ou de rebouchage, d'un joint de carrelage ou de produits à base de ciments utilisés dans la construction.

L'utilisation en vue de la préparation d'un mortier-colle pour fixer des carreaux de céramique est tout particulièrement préférée.

Les exemples suivants sont donnés à titre purement illustratif de l'invention et ne sauraient être interprétés pour en limiter la portée.

Exemple A (référence) : Composition de mortier-colle sans additif fluide

On prépare une composition pulvérulente de mortier-colle A par simple mélange à sec des ingrédients suivants :

- 30 % de ciment portland normalisé PC CEM I 52,5 N
- 63,6 % de sable siliceux de taille de grain inférieure à 500 µm
- 3 % d'une charge calcaire de taille inférieure à 50 µm
- 2,4 % d'Axilat™ UP 620E
- 0,6 % d'un agent accélérateur
- 0,4 % d'un agent rhéologique et/ou rétenteur d'eau.

Les caractéristiques d'adhérence du mortier-colle A sont déterminées par le test d'adhérence décrit ci-après.

Test d'adhérence :

La composition de mortier-colle est mélangée à l'eau à raison d'environ 25 g d'eau pour 100 g de poudre, durant 90 secondes.

Puis, après un temps de repos de 5 minutes et homogénéisation à la spatule, le mélange est appliqué sur 2 supports identiques consistant chacun en une dalle de béton carrée de 40 cm de côté et 4 cm d'épaisseur, de manière à former une couche mince convenablement striée au moyen d'une spatule crantée, dont l'épaisseur est comprise entre 2 et 6 mm.

10 carreaux de grès pressés à sec de 5 cm de côté et 5 mm d'épaisseur sont ensuite placés sur chaque dalle ainsi encollée, maintenue en position horizontale, et espacés de 5 cm. Chaque carreau est alors appliqué sur la dalle au moyen d'une pression résultant de la pose d'un poids de 2 kg durant 30 s.

Les 2 assemblages obtenus sont soumis aux conditions de stockages suivantes :

- l'un est laissé durant 28 jours à 23°C et 50 % d'humidité relative, en vue de la détermination de l'adhérence à sec,

- l'autre est laissé durant 7 jours à 23°C et 50 % d'humidité relative, puis immergé durant 21 jours dans de l'eau à 23°C, en vue de la détermination de l'adhérence après contact avec l'eau.

A la fin de ce stockage, on procède pour chaque carreau des 2 assemblages précédents à une mesure de la force nécessaire pour arracher ledit carreau de la dalle en béton. Pour cela, des pièces métalliques de traction à face carrée de côté 5 cm sont fixées sur chaque carreau au moyen d'une colle structurale à haute résistance de type époxyde. Chaque pièce est alors reliée à un appareil de traction capable d'exercer sur ladite pièce une force de traction qui croît (jusqu'à l'arrachement du carreau) à raison d'une vitesse constante d'environ 250 N/s.

L'adhérence à sec et l'adhérence après contact avec l'eau sont obtenues en ramenant à la surface d'un carreau la force d'arrachement mesurée pour chacun des 10 carreaux, puis en calculant la moyenne pour chacun des 2 assemblages correspondants. Les 2 résultats sont exprimés en MPa et indiqués dans le Tableau 1.

Il est fait référence pour plus de détails à la norme européenne EN 1348.

Exemples A1-A4 (référence) : Effet de l'ajout de 0,3 % d'une huile d'hydrocarbures sur l'adhérence du mortier-colle A :

On répète l'exemple A en ajoutant par pulvérisation à la composition pulvérulente 0,3 % en poids de l'huile d'hydrocarbures indiquée dans le Tableau 1.

On obtient les résultats d'adhérence également indiqués dans le Tableau 1.

Exemple B (référence) : Composition de mortier-colle sans additif fluide

On répète l'exemple A en remplaçant la composition A par la composition B suivante :

- 30 % de ciment portland normalisé PC CEM I 52,5 N
- 62,6 % de sable siliceux de taille de grain inférieure à 500 μm
- 3 % d'une charge calcaire de taille inférieure à 50 μm
- 3 % d'Axilat™ UP 620E.
- 0,7 % d'un agent rhéologique et/ou rétenteur d'eau
- 0,7 % d'un agent accélérateur

On obtient les résultats d'adhérence également indiqués dans le Tableau 1.

Exemples B1-B3 (référence) : Effet de l'ajout de 0,6 % d'une huile d'hydrocarbures sur l'adhérence du mortier-colle B :

On répète l'exemple B en ajoutant à la composition pulvérulente 0,6 % en poids de l'huile d'hydrocarbures indiquée dans le Tableau 1.

On obtient les résultats d'adhérence également indiqués dans le Tableau 1.

Exemple C (référence) : Composition de mortier-colle sans additif fluide

On répète l'exemple A en remplaçant la composition A par la composition C suivante :

- 30 % de ciment portland normalisé PC CEM I 52,5 N
- 59,9 % de sable siliceux de taille de grain inférieure à 500 µm
- 3 % d'une charge calcaire de taille inférieure à 50 µm
- 6 % d'Axilat™ UP 620E.
- 0,7 % d'un agent rhéologique et/ou rétenteur d'eau
- 0,4 % d'un agent accélérateur

On obtient les résultats d'adhérence également indiqués dans le Tableau 1.

Exemples C1-C3 (référence) : Effet de l'ajout de 0,6 % d'une huile d'hydrocarbures sur l'adhérence du mortier-colle C :

On répète l'exemple C en ajoutant à la composition pulvérulente 0,6 % en poids de l'huile d'hydrocarbures indiquée dans le Tableau 1.

On obtient les résultats d'adhérence également indiqués dans le Tableau 1.

Le Tableau 1 fait apparaître pour les 3 mortiers colles A, B et C une diminution de l'adhérence après contact avec l'eau résultant de l'ajout de 0,3 ou 0,6 % de l'huile d'hydrocarbures indiquée.

Exemples 1 et 2 : Effet de l'ajout de 0,3 ou 0,6 % d'une huile ester (i) sur l'adhérence du mortier-colle B :

On répète l'exemple B en ajoutant par pulvérisation à la composition 0,3 ou 0,6 % en poids d'adipate de diéthyle comme indiqué dans le Tableau 2.

On obtient les résultats d'adhérence indiqués dans le Tableau 2.

Exemples 3 à 8 : Effet de l'ajout de 0,3 ou 0,6 % d'une huile ester (i) sur l'adhérence du mortier-colle C :

On répète l'exemple C en ajoutant à la composition pulvérulente 0,3 ou 0,6 %, en tant qu'additif fluide, de l'huile ester (i) indiquée dans le Tableau 2.

On obtient les résultats d'adhérence également indiqués dans le Tableau 2.

Exemples 9 à 17 : Effet de l'ajout de 0,6 % d'un additif fluide consistant d'un mélange d'huile ester et d'huile d'hydrocarbures sur l'adhérence du mortier-colle C :

On répète l'exemple C en ajoutant à la composition pulvérulente 0,6 % d'un additif fluide consistant d'un mélange de (i) et (ii) dans les pourcentages indiqués dans le Tableau 3.

On obtient les résultats d'adhérence également indiqués dans le Tableau 3.

Les compositions selon l'invention 1 à 17 présentent d'excellentes performances d'adhérence à sec, supérieures à celles des compositions correspondantes sans additif fluide (compositions de référence B et C). Elles permettent également l'obtention d'une adhérence après contact avec l'eau qui est maintenue sensiblement au niveau de celle procurée par les compositions de référence B et C, et notamment supérieure ou égale à 0,95 MPa.

L'émission de poussières inhalables de ces mêmes compositions 1 à 17 a été évaluée visuellement par rapport aux compositions de référence sans additif fluide B et C : elle a été trouvée significativement réduite.

Tableau 1

Exemple	A	A1	A2	A3	A4	B	B1	B2	B3	C	C1	C2	C3
	A	A	A	A	A	B	B	B	B	C	C	C	C
Teneur en huile d'hydrocarbures (en %)	-	0,3	-	-	-	-	0,6	-	-	-	0,6	-	-
	-	-	0,3	-	-	-	-	0,6	-	-	-	0,6	-
	-	-	-	0,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	-	0,3	-	-	-	0,6	-	-	-	0,6
Adhérence (en MPa)	1,00	0,96	1,00	0,89	1,04	1,00	0,84	0,85	0,73	1,00	0,99	1,02	1,04
	1,00	0,81	0,90	0,76	0,81	1,00	0,60	0,66	0,60	1,00	0,84	0,76	0,90

Tableau 2

Exemple	B	1	2	C	3	4	5	6	7	8
Mortier-colle	B	B	B	C	C	C	C	C	C	C
Teneur en additif fluide (en %)	0	0,3	0,6	0	0,6	0,3	0,6	0,6	0,6	0,6
Teneur en huile ester (i) dans l'additif fluide (en %)	-	-	-	-	100	-	-	-	-	-
	-	100	100	-	-	100	100	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	-	100	-	-
	-	-	-	-	-	-	-	-	100	-
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	100
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Adh�rence (en MPa)	1,00	1,01	1,42	1,00	1,35	1,43	1,65	1,44	1,50	1,26
	1,00	0,96	1,01	1,00	1,14	1,02	1,09	1,03	1,02	1,00

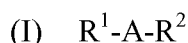
Tableau 3

Exemple	C	9	10	11	12	13	14	15	16	17
Mortier-colle	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
Teneur en additif fluide (en %)	0	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
Teneur en huile ester (i) dans l'additif fluide (en %)	-	70	70	70	50	50	50	30	30	30
Teneur en huile d'hydro- carbures (ii) dans l'additif fluide (en %)	-	30	-	-	50	-	-	70	-	-
Semtol 70/28	-	-	30	-	-	50	-	-	70	-
Lytol	-	-	-	30	-	-	50	-	-	70
Adh�rence � sec	1,00	1,48	1,34	1,39	1,35	1,34	1,33	1,15	1,41	1,31
Adh�rence apr�s contact avec l'eau	1,00	1,07	1,08	1,00	1,03	0,95	0,97	1,03	0,99	1,06

REVENDICATIONS

1. Composition pulvérulente de mortier, qui comprend :
 - de 10 à 60 % d'un liant minéral,
 - de 40 à 90 % d'un matériau inerte sous forme de granulats susceptible d'être aggloméré en phase aqueuse au moyen dudit liant,
 - de 0,2 à 1 % d'un additif fluide comprenant de 25 à 100 % d'un composé hydrocarboné linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé (i) qui est liquide à température ambiante et qui inclut un ou plusieurs groupes ester –COO– dont le poids total, relatif à la masse molaire dudit composé (i), est compris entre 20 et 50 % .
2. Composition pulvérulente de mortier selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'on utilise du ciment comme liant minéral et du sable comme granulats de matériau inerte.
3. Composition pulvérulente de mortier selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce que le composé (i) est un mono, di, tri ou tétra ester.
4. Composition pulvérulente de mortier selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le composé (i) est choisi dans le groupe comprenant :

(a) les mono-esters de formule :



dans laquelle :

- R^1 et R^2 sont identiques ou différents et représentent un radical hydrocarboné linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 1 à 10 atomes de carbone et éventuellement substitué par un groupe –OH ou –SH ;
- A représente un groupe ester de formule –(CO)O– ou –O(CO)– ;

(b) les di-esters de formule :



dans laquelle :

- R^3 et R^5 sont identiques ou différents et représentent un radical hydrocarboné linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 1 à 20 atomes de carbone et éventuellement substitué par un groupe $-OH$ ou $-SH$;
- R^4 est un radical divalent dérivant du radical monovalent ayant la même signification que les radicaux R^3 ou R^5 définis précédemment ;
- A^1 et A^2 sont identiques ou différents et ont la même signification que le radical A défini précédemment ;

(c) les tri-esters obtenus par condensation :

- d'un acide carboxylique linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 2 à 20 atomes de carbone, éventuellement substitué par un groupe $-OH$ ou $-SH$, avec
- un composé hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 3 à 10 atomes de carbone parmi lesquels 3 atomes distincts sont liés chacun à un groupe $-OH$; et

(d) les tétra-esters obtenus par condensation :

- d'un acide carboxylique linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 2 à 20 atomes de carbone, éventuellement substitué par un groupe $-OH$ ou $-SH$, avec
- un composé hydrocarboné, linéaire ou ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 4 à 10 atomes de carbone parmi lesquels 4 atomes distincts sont liés chacun à un groupe $-OH$.

5. Composition pulvérulente de mortier selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le composé organique polaire (i) inclut un ou plusieurs groupe ester pour un poids total compris entre 30 et 50 %.

6. Composition pulvérulente de mortier selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que l'additif fluide comprend en outre de 0 à 75 % d'un composé organique apolaire (ii) liquide à température ambiante.

7. Composition pulvérulente de mortier selon la revendication 6, caractérisée en ce que le composé (ii) est choisi parmi les huiles d'origine minérale, les huiles paraffiniques, les polyoléfines ou les mélanges de ces substances.

8. Composition pulvérulente de mortier selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisée en ce qu'elle comprend de 20 à 40 % du liant minéral et de 60 à 70 % du matériau inerte sous forme de granulats.

9. Composition pulvérulente de mortier selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisée en ce qu'elle comprend l'additif fluide à raison de 0,3 à 0,6 %.

10. Composition pulvérulente de mortier selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisée en ce qu'elle comprend en outre, comme liant organique, de 1 à 10 % d'un copolymère comprenant un (ou plusieurs) ester vinylique.

11. Composition pulvérulente de mortier selon la revendication 10, caractérisée en ce que le liant organique est un copolymère d'acétate de vinyle, de versatate de vinyle et d'ester maléïque, présent à raison de 5 à 6 %.

12. Utilisation de la composition de mortier telle que définie dans l'une des revendications 1 à 11 pour son gâchage avec de l'eau, en vue de la préparation d'un mortier, d'un enduit mural ou de rebouchage, d'un joint de carrelage ou de produits à base de ciments utilisés dans la construction.

13. Utilisation selon la revendication 11 en vue de la préparation d'un mortier-colle pour fixer des carreaux de céramique.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2011/051757

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C04B24/04 C04B28/02 C04B40/00
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C04B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2010/028870 A1 (CONSTR RES & TECH GMBH [DE]; WEICHMANN JOSEF [DE]; STOHR WERNER [DE];) 18 March 2010 (2010-03-18) pages 1-4	1-13
X	DE 20 2006 016797 U1 (PCI AUGSBURG GMBH [DE]) 28 December 2006 (2006-12-28) the whole document	1-4,8-13
A	WO 2006/084588 A2 (HENKEL KGAA [DE]; WITZLEBEN STEFFEN [DE]; SATTLER HANS-PETER [DE]; TEN) 17 August 2006 (2006-08-17) cited in the application the whole document	1-13
A	EP 2 128 110 A1 (SIKA TECHNOLOGY AG [CH]) 2 December 2009 (2009-12-02) the whole document	1



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

15 November 2011

Date of mailing of the international search report

13/12/2011

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Gattinger, Irene

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2011/051757

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2010028870 A1	18-03-2010	AU 2009291163 A1 CN 102209696 A EP 2362861 A1 US 2011209644 A1 WO 2010028870 A1	18-03-2010 05-10-2011 07-09-2011 01-09-2011 18-03-2010
DE 202006016797 U1	28-12-2006	DE 202006016797 U1 EP 2089337 A1 WO 2008052618 A1	28-12-2006 19-08-2009 08-05-2008
WO 2006084588 A2	17-08-2006	CN 101115693 A DE 102005005998 A1 DE 202006020712 U1 EP 1846342 A2 KR 20070101318 A WO 2006084588 A2	30-01-2008 10-08-2006 23-07-2009 24-10-2007 16-10-2007 17-08-2006
EP 2128110 A1	02-12-2009	AU 2009253052 A1 CN 102026933 A EP 2128110 A1 JP 2011522768 A KR 20110015020 A US 2011067604 A1 WO 2009144293 A1	03-12-2009 20-04-2011 02-12-2009 04-08-2011 14-02-2011 24-03-2011 03-12-2009

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2011/051757

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C04B24/04 C04B28/02 C04B40/00 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C04B		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	WO 2010/028870 A1 (CONSTR RES & TECH GMBH [DE]; WEICHMANN JOSEF [DE]; STOHR WERNER [DE];) 18 mars 2010 (2010-03-18) pages 1-4 -----	1-13
X	DE 20 2006 016797 U1 (PCI AUGSBURG GMBH [DE]) 28 décembre 2006 (2006-12-28) le document en entier -----	1-4,8-13
A	WO 2006/084588 A2 (HENKEL KGAA [DE]; WITZLEBEN STEFFEN [DE]; SATTler HANS-PETER [DE]; TEN) 17 août 2006 (2006-08-17) cité dans la demande le document en entier -----	1-13
A	EP 2 128 110 A1 (SIKA TECHNOLOGY AG [CH]) 2 décembre 2009 (2009-12-02) le document en entier -----	1
☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités: "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "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 "&" document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 15 novembre 2011		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 13/12/2011
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Gattinger, Irene

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2011/051757

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2010028870 A1	18-03-2010	AU 2009291163 A1 CN 102209696 A EP 2362861 A1 US 2011209644 A1 WO 2010028870 A1	18-03-2010 05-10-2011 07-09-2011 01-09-2011 18-03-2010
DE 202006016797 U1	28-12-2006	DE 202006016797 U1 EP 2089337 A1 WO 2008052618 A1	28-12-2006 19-08-2009 08-05-2008
WO 2006084588 A2	17-08-2006	CN 101115693 A DE 102005005998 A1 DE 202006020712 U1 EP 1846342 A2 KR 20070101318 A WO 2006084588 A2	30-01-2008 10-08-2006 23-07-2009 24-10-2007 16-10-2007 17-08-2006
EP 2128110 A1	02-12-2009	AU 2009253052 A1 CN 102026933 A EP 2128110 A1 JP 2011522768 A KR 20110015020 A US 2011067604 A1 WO 2009144293 A1	03-12-2009 20-04-2011 02-12-2009 04-08-2011 14-02-2011 24-03-2011 03-12-2009