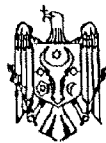




MD 4561 B1 2018.04.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **4561** (13) **B1**
(51) Int.Cl: *C09K 3/18* (2006.01)

(12) BREVET DE INVENȚIE

In termen de 6 luni de la data publicării mențiunii privind hotărârea de acordare a brevetului de invenție, orice persoană poate face opoziție la acordarea brevetului	
(21) Nr. depozit: a 2014 0052 (22) Data depozit: 2012.11.02 (31) Nr.: 11188481.3 (32) Data: 2011.11.09 (33) Țara: EP (41) Data publicării cererii: 2014.09.30, BOPI nr. 9/2014	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2018.04.30, BOPI nr. 4/2018 (85) 2014.05.26 (86) PCT/EP2012/071678, 2012.11.02 (87) WO 2013/068299 A1, 2013.05.16
(71) Solicitant: AKZO NOBEL CHEMICALS INTERNATIONAL B. V., NL (72) Inventatori: MASLOW Wasil, NL; DE JONG Edwin Ronald, NL; DEMMER Rene Lodewijk Maria, NL (73) Titular: AKZO NOBEL CHEMICALS INTERNATIONAL B. V., NL (74) Mandatar autorizat: ANDRIEȘ Ludmila	

(54) Compoziție de dejivrare

(57) Rezumat:

1
Invenția se referă la o compoziție de dejivrare, care conține (i) un agent de dejivrare selectat din grupa constând din clorură de sodiu, acetat de calciu-magneziu, clorură de calciu, clorură de magneziu, clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, formiat de sodiu și formiat de potasiu, (ii) un derivat de

2
lignină și (iii) melasă. Invenția de asemenea se referă la un procedeu de preparare a compoziției de dejivrare menționate și la un procedeu de dejivrare a unei suprafețe utilizând compoziția de dejivrare menționată.

Revendicări: 15

Figuri: 2

MD 4561 B1 2018.04.30

(54) Deicing composition**(57) Abstract:**

1
The invention relates to a deicing composition comprising (i) a deicing agent selected from the group consisting of sodium chloride, calcium magnesium acetate, calcium chloride, magnesium chloride, potassium chloride, potassium acetate, sodium acetate, sodium formate, potassium formate, (ii) a

2
lignin derivative, and (iii) molasses. The invention furthermore relates to a process for preparing said deicing composition and to a process for deicing a surface using said deicing composition.

Claims: 15

Fig.: 2

(54) Противогололедная композиция**(57) Реферат:**

1
Изобретение относится к противогололедной композиции, включающей (i) противогололедный агент, выбранный из группы, состоящей из хлорида натрия, кальциево-магниевого ацетата, хлорида кальция, хлорида магния, хлорида калия, ацетата калия, ацетата натрия, формиата натрия и формиата калия,

2
(ii) производное лигнина и (iii) мелассу. Изобретение также относится к способу получения указанной противогололедной композиции и к способу размораживания поверхности с использованием указанной противогололедной композиции.

П. формулы: 15

Фиг.: 2

Descriere:**(Descrierea se publică în redacția solicitantului)**

5 Prezentă invenție se referă la o compoziție de dejivrare și la un procedeu pentru prepararea acestei compoziții de dejivrare. În plus, prezenta invenție se referă la un procedeu de dejivrare a unei suprafețe și la un set de componente pentru utilizare în acest procedeu. În final, prezenta invenție se referă la utilizarea unui derivat de lignină și melasă pentru creșterea eficienței compoziției de dejivrare.

10 Condițiile de iarnă asigură inconveniențe pe drumuri și în trafic în formă de zăpadă sau polei. În mod evident, eliminarea zăpezii, chiciurii și gheții pe drumuri și pe autostrăzi are beneficii enorme pentru siguranță. Clorura de sodiu (NaCl) este frecvent folosită pentru a controla zăpada și formarea de gheață pe drumuri, autostrăzi și trotuare. Clorura de sodiu funcționează ca un agent de dejivrare prin dizolvare cu precipitare pe drumuri și coborârea punctului de înghețare, astfel topind gheața și zăpada. Alte săruri care pot fi utilizate ca dejivrant includ, de exemplu, clorură de calciu
15 și clorură de magneziu. Acești compuși coboară punctul de îngheț al apei la o temperatură mai joasă, decât clorura de sodiu.

De asemenea, clorura de potasiu este uneori folosită ca un dejivrant. O altă alternativă cunoscută de sare pentru drumuri este acetatul de magneziu calciu. Alte săruri cu efect dejivrant, mai puțin cunoscute, includ acetat de potasiu, acetat de sodiu, format de sodiu și format de
20 potasiu.

Condițiile de iarnă deteriorează, de asemenea, asfaltul, bitumul și suprafețele de beton. Aceste suprafețe au structuri poroase. În special asfaltul conține un număr de canale subsuperficiale. Atunci când temperatura aerului/solului devine suficient de joasă, soluția apoasă, care este prezentă în canalele asfaltului, se va extinde la înghețare, astfel, creând tensionări mecanice în
25 asfalt. În special după înghețuri și dezghețări repetate, asfaltul se va deteriora, rezultând cu gropi. Nu numai că în fiecare an trebuie cheltuite sume mari pentru a repara drumurile și autostrăzile deteriorate, gropile pot duce, de asemenea, la situații periculoase pentru trafic. Mai mult decât atât, întreținerea suplimentară necesară va conduce la blocaje adiționale de trafic.

Problema deteriorării drumurilor și autostrăzilor din cauza dilatării și contractării apei sau soluțiilor pe bază de apă în timpul ciclurilor de înghețare și dezghețare a devenit o problemă și mai mare de la introducerea în anii nouăzeci a unui nou tip de asfalt, așa-numitul asfalt cu o porozitate înaltă. Acest beton de asfalt foarte poros poate cuprinde până la 20% din spațiul gol. Aceasta are un avantaj, deoarece ploaia și apa topită va curge repede departe de suprafața asfaltului în sol prin canalele de sub suprafață. Suprafața drumului asfaltat nu păstrează, practic, în sine umiditate și,
35 prin urmare, nu este netedă și alunecoasă, chiar și în caz de precipitații abundente. În timp ce utilizarea acestui tip de asfalt are un efect benefic enorm asupra siguranței în condiții de ploaie, un dezavantaj este că, în condiții de iarnă este necesar mai mult agent de dejivrare pentru a menține drumurile libere de zăpadă și gheață, în plus, în timpul iernii agentul de dejivrare va curge, de asemenea, departe cu apa ce se topește pe suprafața drumului.

Se cunoaște o compoziție de dejivrare [1], care conține cel puțin 5% mas. de (a) glicerină și (b) apă, care constă în esență din (a) glicerină, (b) săruri de un acid, selectate din grupa care constă din sarea de potasiu a acidului carboxilic, sarea de potasiu a acidului hidroxicarboxilic, sarea de potasiu a acidului dicarboxilic, sarea de potasiu a acidului carbonic și săruri ale acestora, opțional (c) apă și/sau (d) o cantitate eficientă de un material antijivraj care coboară temperatura de
45 înghețare, selectat din grupa constând din glicoli, săruri de citrat, aminoacizi, săruri de aminoacizi, acid boric, săruri ale acidului boric, componenți de lignină, săruri ale acidului gluconic, monozaharide, hidrocarbilaridozide, selectate din grupa constând din furanozide, maltozide, maltotriazide, glicopiranozide, care nu conțin alchil glicozide și sorbitol, și amestecuri ale acestora.

50 Scopul prezentei invenții este de a furniza o compoziție de dejivrare care are proprietăți de dejivrare îmbunătățite. În particular, scopul prezentei invenții este de a furniza o compoziție de dejivrare care rămâne eficientă pentru o perioadă mai îndelungată, astfel încât agentul de dejivrare să poată fi aplicat mai rar și deteriorarea suprafețelor rutiere, în special extrem de poroase, să fie redusă chiar și după înghețări și dezghețări repetate.

55 Surprinzător, scopul a fost atins prin adăugarea la agentul de dejivrare a unei combinații de două tipuri de aditivi, și anume a unui derivat de lignină și melasă. Mai detaliat, prezenta invenție se referă la o compoziție de dejivrare care conține (i) un agent de dejivrare selectat din grupul constând din clorură de sodiu, acetat de magneziu calciu, clorură de calciu, clorură de magneziu,

clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, formiat de sodiu și formiat de potasiu, (ii) un derivat de lignină și (iii) melasă.

S-a constatat, că compoziția de dejivrare, conform prezentei invenții, are o performanță îmbunătățită. S-a constatat, că prin utilizarea combinației specifice de melasă și a unui derivat de lignină agentul de dejivrare va rămâne activ pentru o perioadă mai îndelungată.

În plus, s-a constatat că utilizarea compoziției de dejivrare, conform prezentei invenții, reduce deteriorarea suprafețelor rutiere după înghețare și dezghețare repetată.

Compoziția de dejivrare, conform prezentei invenții, s-a fost dovedit a fi mai puțin corozivă, decât compozițiile de dejivrare tradiționale.

Datorită proprietăților de adeziune mai bune ale compoziției de dejivrare, comparativ cu utilizarea numai a agentului de dejivrare, va fi aruncată o cantitate mai mică de agent de dejivrare și agentul de dejivrare va fi reținut pe drum pentru o perioadă mai îndelungată.

Agentul de dejivrare prezent în compoziția de dejivrare, conform prezentei invenții, este selectat din grupul constând din clorură de sodiu, acetat de magneziu calciu, clorură de calciu, clorură de magneziu, clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, formiat de sodiu și formiat de potasiu. De preferință, de altfel, agentul de dejivrare este o clorură, adică acesta este de preferință selectat din grupul constând din clorură de sodiu, clorură de calciu, clorură de magneziu și clorură de potasiu. Mai preferată fiind clorura de calciu pentru utilizare ca agent de dejivrare în compozițiile, conform prezentei invenții. Cea mai preferată fiind clorura de sodiu pentru utilizare ca agent de dejivrare în compozițiile, conform prezentei invenții, aceasta fiind mai ieftină și disponibilă în cantități mari.

Compoziția de dejivrare, conform prezentei invenții, poate fi în formă apoasă, în formă solidă sau în formă de suspensie.

În cazul în care compoziția de dejivrare este o compoziție apoasă, agentul de dejivrare se conține, de preferință, într-o cantitate de cel puțin 5% din greutate, mai preferabil fiind de cel puțin 10% din greutate și cel mai preferat fiind de cel puțin 20% din greutate (raportat la greutatea totală a compoziției de dejivrare). De preferință, astfel de compoziții de dejivrare apoase conțin agentul de dejivrare la cel mult o concentrație de saturatie.

Compoziția de dejivrare, conform prezentei invenții, poate fi, de asemenea, în formă de suspensie, care conține agentul de dejivrare în concentrații mai mari, ce depășesc concentrația de saturatie.

În cazul, în care compoziția de dejivrare este în formă solidă, ea poate conține mai puțin de 5% din greutate de agent de dejivrare (raportat la greutatea totală a compoziției de dejivrare), în cazul în care este, de exemplu, amestecat cu un material de împrăștiere a sării, cum ar fi nisipul. Cu toate acestea, de preferință compoziția de dejivrare, conform prezentei invenții, conține cel puțin 50% din greutate de agent de dejivrare, încă mai preferabil fiind cel puțin 70% din greutate, și cel mai potrivit fiind cel puțin 96% din greutate de agent de dejivrare (bazat pe greutatea totală a compoziției de dejivrare).

Biopolimerul lignină, prezent în compoziția de dejivrare, conform prezentei invenții, este un polimer amorf legat de celuloză, care, și împreună cu formele de celuloză ale pereților celulelor plantelor lemnoase și materialul de cimentare între ele, oferă rigiditate.

Biopolimerul lignină prezent în compoziția de dejivrare este un polimer amorf având legături cu celuloza, care oferă rigiditate și împreună cu celuloza formează pereții celulelor plantelor lemnoase și materialul de cimentare între ele. Acesta are, în general, o greutate moleculară de cel puțin 10.000 Da. Mai frecvent utilizată este lignina din lemn, dar poate fi, de asemenea, folosită și lignina din plante și alge. Ea constă din monolignolii paracumaril alcool, coniferil alcool și sinapil alcool. Acești monomeri sunt încorporați în diferite cantități.

Lignina poate fi furnizată solubilă în apă prin expunerea în condiții acide sau alcaline sau albită (tratată, de exemplu, cu H_2O_2 sau hipoclorit), crescând astfel numărul de grupe funcționale hidroxil alifatic și aromatic și de acid carboxilic, sau poate fi hidrolizată până la fragmente moleculare mai mici. În condiții neutre lignina poate fi hidrofilizată cu pulpă de sulfat când se introduc grupe funcționale de sulfonat sau de acid sulfonic.

Termenul "derivat al ligninei", așa cum este folosit în această descriere, se referă la toți compușii (inclusiv la săruri) derivați de la lignină folosind cel puțin unul din procedeele descrise mai sus și care au o solubilitate în apă de cel puțin 10 g la litru la 25°C. Pot fi prezente și alte grupe funcționale chimice, atât timp cât acestea nu compromit solubilitatea generală în apă. De preferință, derivatul ligninei, conform prezentei invenții, are o greutate moleculară medie de cel puțin 5 kDa, mai preferată fiind de cel puțin 10 kDa. În cea mai preferată variantă derivatul

ligninei poartă grupa funcțională de acid carboxilic, dar cele mai preferate fiind grupele funcționale de acid sulfonic sau sulfonat (adică este un ligno-sulfonat).

Lignosulfonatul, conform prezentei invenții, este o lignină sulfonată derivată din biopolimerul lignină. În cadrul procesului de fabricare a celulozei din lemn în prezență sulfitului, lignosulfonatul rezultă ca un produs secundar. Produsul poate fi purificat (chimic) și uscat prin pulverizare, deși nici una dintre aceste etape nu este necesară pentru o bună eficiență în conformitate cu prezenta invenție. Masele moleculare ale lignosulfonatorilor variază în intervale foarte vaste (ele sunt foarte polidisperse). De exemplu, s-a raportat un interval de la 1000-140,000 Da pentru lemnul de esență moale. Lignosulfonații cu valori mai mici au fost raportați pentru lemn de esență tare.

Derivatul ligninei potrivit pentru utilizare în compoziția, conform prezentei invenții, este, de preferință, un derivat de lignină derivat din lemn, plante sau alge. De asemenea, este posibilă utilizarea unui amestec de derivați ai ligninei proveniți din surse diferite. Cea mai preferată este utilizarea unui derivat al ligninei derivat din lemn. În compoziția, conform prezentei invenții, pot fi utilizate toate tipurile de derivați ai ligninei, și anume săruri de Na, K, Ca, Mg sau NH_4 .

Derivatul de lignină este de obicei prezent în compoziția de dejivrare, conform prezentei invenții, într-o cantitate de cel puțin 10 ppm, mai preferată fiind de cel puțin 100 ppm și cel mai preferată fiind de cel puțin 500 ppm. Este preferată prezența într-o cantitate sub 10.000 ppm, mai preferată fiind o cantitate de cel mult 8.000 ppm și ceea mai preferată fiind o cantitate sub 5.000 ppm.

Concentrațiile derivatului de lignina sunt exprimate în ppm, definite aici ca mg de derivat de lignină la kg de compoziție totală de dejivrare.

Melasa prezentă în compoziția de dejivrare, conform prezentei invenții, poate fi orice melasă tradițional folosită în scopuri de dejivrare. Este de notat faptul, că este posibilă utilizarea melasei care a fost supusă unei sau mai multor etape de purificare, cum ar fi îndepărtarea sulfitilor, dioxidului de sulf, cenușii, îndepărtarea formelor de viață microbiene sau a altor forme insolubile de acești contaminanți nu are vre-un efect advers asupra performanței compoziției de dejivrare. Este de asemenea de notat faptul, că este posibilă utilizarea melasei tratate chimic, biologic, fizic sau într-un alt mod, cum ar fi, dar nu în mod exclusiv, melasă de sfeclă dezaharisită, melasa tratată cu acid/bază, melasa carboxilată (în care zaharurile prezente în melasă sunt carboxilate prin metode uzuale) și melasa care conține unul sau mai mulți aditivi. De preferință, melasa se selectează din grupa constând din melasă derivată din porumb (sirop), melasă derivată din sfeclă de zahăr, melasă derivată din trestia de zahăr și melasă derivată din struguri.

Termenul "melasă" include toate tipurile menționate de melasă tratată sau netratată. De preferință melasa este melasa de zahăr de sfeclă sau trestie de zahăr care conține între 20 și 80% din greutate de zaharuri, mai preferată fiind melasa cu conținut între 40 și 60% din greutate de zaharuri, cea mai preferată fiind melasa cu conținut între 45 și 55% din greutate de zaharuri.

Melasa este de obicei prezentă în compoziția de dejivrare, conform prezentei invenții, în cantitate de cel puțin 10 ppm, mai preferabil de cel puțin 100 ppm și cel mai preferat de cel puțin 500 ppm. Este preferată prezența într-o cantitate de cel mult 50.000 ppm, mai preferată fiind o cantitate sub 10.000 ppm și cea mai preferată fiind o cantitate mai mică de 5.000 ppm.

Concentrațiile de melasă sunt exprimate în ppm, definite aici ca mg de melasă la kg de compoziție totală de dejivrare.

Prezenta invenție se referă la un procedeu de preparare a compoziției de dejivrare, conform prezentei invenții. Procedeu menționat de pulverizare a unei soluții apoase de tratare, care conține un derivat de lignină și melasă, pe un agent de dejivrare selectat din grupa constând din clorură de sodiu, acetat de magneziu calciu, clorură de calciu, clorură de magneziu, clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, format de sodiu și format de potasiu. De preferință, soluția apoasă de tratare este pulverizată pe agentul de dejivrare într-o cantitate, astfel încât compoziția de dejivrare obținută să conțină cel puțin 10 ppm, mai preferabil cel puțin 100 ppm și cel mai preferat cel puțin 500 ppm de derivat de lignină și cel puțin 10 ppm, mai preferabil cel puțin 100 ppm și cel mai preferat cel puțin 500 ppm de melasă. De preferință, compoziția de dejivrare obținută conține cel mult 10.000 ppm, mai preferabil cel mult 8.000 ppm și cel mai preferabil sub 5.000 ppm de proteine. De preferință, compoziția de dejivrare obținută conține cel mult 10.000 ppm, mai preferabil cel mult 8.000 ppm și cel mai preferabil fiind cel mult 5.000 ppm de melasă.

Cum s-a menționat anterior, derivatul de lignină este de preferință unul care derivă din plante sau alge. Poate fi, de asemenea, un amestec de derivați cu origine din diferite surse. Melasa este de preferință selectată din grupa constând din melasă derivată din porumb (sirop), melasă derivată din sfeclă de zahăr și melasă derivată din struguri.

Prezenta invenție se referă la un procedeu de dejivrare a unei suprafețe. Suprafața menționată poate fi dejivrată în diverse moduri.

Intr-o variantă de realizare compoziția de dejivrare, conform prezentei invenții, se aplică pe suprafața menționată.

5 Intr-o altă variantă de realizare, procedeul de dejivrare a suprafeței prevede etapele de amestecare a unui agent de dejivrare solid selectat din grupa constând din clorură de sodiu, acetat de magneziu calciu, clorură de calciu, clorură de magneziu, clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, format de sodiu și format de potasiu cu o soluție apoasă de tratare, care conține un derivat de lignină și melasă, și de răspândire a amestecului astfel obținut pe suprafața
10 menționată. Acest procedeu, conform prezentei invenții, este un exemplu de realizare preferat, deoarece riscul de îndepărtare a compoziției de dejivrare este mult redus. Mai mult decât atât, se atinge o aderență mult mai bună a compoziției de dejivrare cu suprafața drumului.

Intr-o altă variantă de realizare, procedeul de dejivrare a unei suprafețe prevede etapele de preparare a unei soluții apoase, care conține între 5% din greutate și concentrația de saturație de un
15 agent de dejivrare solid selectat din grupa constând din clorură de sodiu, acetat de magneziu calciu, clorură de calciu, clorură de magneziu, clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, format de sodiu și format de potasiu, un derivat de lignină și melasă și de aplicare a amestecului menționat pe suprafața menționată, de exemplu, prin pulverizare. Acest procedeu, conform prezentei invenții, este, de asemenea, un exemplu de realizare preferat, deoarece riscul de
20 îndepărtare a compoziției de dejivrare este mult redus. Mai mult decât atât, se atinge o aderență mult mai bună a compoziției de dejivrare cu suprafața drumului.

Intr-o altă realizare a prezentei invenții, procedeul de dejivrare a unei suprafețe prevede etapele de răspândire a unui agent de dejivrare selectat din grupa constând din clorură de sodiu, acetat de
25 magneziu calciu, clorură de calciu, clorură de magneziu, clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, format de sodiu și format de potasiu în formă solidă sau apoasă pe suprafața menționată și de răspândire separată a unui derivat de lignină și a melasei în formă solidă sau apoasă pe suprafața menționată.

Suprafața de dejivrare este de preferință o suprafață selectată din grupa constând din drum
30 asfaltat cu asfalt neporos, drum asfaltat, drum asfaltat cu asfalt poros, drum betonat, drum bituminat, drum de cărămidă, drum de prundiș, drum pietruit, drum neasfaltat și trotuar.

De preferință, pe m^2 de suprafață menționată se introduce cel puțin 1 g agent de dejivrare, cel puțin 0,01 mg de derivat de lignină și cel puțin 0,01 mg de melasă. De preferință, pentru dejivrare
pe m^2 de suprafață se introduc cel mult 50 g de agent de dejivrare. De preferință, pentru dejivrare
35 pe m^2 de suprafață se introduc cel mult 500 mg de derivat de lignină și cel mult 2500 mg de melasă.

Intr-un alt aspect prezenta invenție se referă la un set de componente pentru utilizare în procesul de dejivrare a unei suprafețe. Setul de componente conține o compoziție antiijivrare, care
40 conține un agent de dejivrare selectat din grupa constând din clorură de sodiu, acetat de magneziu calciu, clorură de calciu, clorură de magneziu, clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, format de sodiu și format de potasiu în calitate de component (a) și o soluție apoasă care conține un agent de dejivrare între 0% și concentrația de saturație a acestuia, derivat de lignină între 10 ppm și concentrația de saturație a acestuia și melasă între 10 ppm și concentrația de saturație a acesteia în calitate de component (b). De preferință, componentul (a) constituie între 60 și 99,99% din greutatea setului de componente și componentul (b) constituie între 0,01% și 40%
45 din greutatea setului de componente (cu componentul (a) și (b) adăugat până la 100%).

Componentul (a) poate fi în formă de soluție apoasă, suspensie sau solid (a vedea anterior).

Componentul (b) poate fi, de asemenea, un amestec solid de derivat de lignină și melasă. Astfel, prezenta invenție se referă, de asemenea, la un set de componente pentru utilizare în
50 procesul de dejivrare a unei suprafețe în conformitate cu prezenta invenție și conține o compoziție antiijivrare care cuprinde un agent de dejivrare selectat din grupa constând din clorură de sodiu, acetat de calciu magneziu, clorură calciu, clorură de magneziu, clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, format de sodiu și format de potasiu în calitate de component (a) și un component solid care conține un derivat de lignină și melasă în calitate de component (b). De preferință, componentul (a) formează între 90 și 99,9% din greutatea setului de componente și
55 componentul (b) formează între 0,1% și 10% din greutatea setului de componente (cu componentul (a) și (b) adăugat până la 100%). Componentul (a) poate fi în formă de soluție apoasă, suspensie sau solidă (a vedea anterior). De preferință, acesta este în formă solidă.

În final, prezenta invenție se referă la utilizarea unei combinații de derivat de lignină și melasă pentru îmbunătățirea eficienței unei compoziții de dejivrare, care conține un agent de dejivrare

selectat din grupa constând din clorură de sodiu, acetat de magneziu calciu, clorură de calciu, clorură de magneziu, clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, formiat de sodiu și formiat de potasiu, pentru dejivrarea unei suprafețe. Cum s-a menționat, suprafața este de preferință selectată din grupa constând din drum asfaltat cu asfalt neporos, drum asfaltat, drum asfaltat cu asfalt poros, drum betonat, drum bituminat, drum de cărămidă, drum de prundiș, drum pietruit, drum neasfaltat și trotuar.

Prezenta invenție este explicată în continuare prin următoarele exemple, care nu sunt restrictive, și exemple comparative.

Exemple

Materiale:

Abreviere	Material	Originea
H ₂ O	Apă	Apă de la robinet
NaCl	Na Cl Sanal P grade	AkzoNobel, Mariager, Danemarca
RM	Melasă brută	Suiker Unie, Olanda
LI	Lignosulfonat de Na 244, pulverizare uscată	Borregaard, Karlsruhe, Germania

Dispozitive:

Dispozitive	Originea	Setări
-------------	----------	--------

Refrigerator -29 grade Celsius

Prepararea mostrei

- 15 În toate preparările care urmează în continuare 22% din greutate de soluție salină de NaCl este menționată ca "soluție salină". Impuritățile care pot apărea în produse nu sunt luate în calcul pentru calcularea concentrației finale de compus; această concentrație fiind definită ca raportul dintre cantitatea cântărită de compus și masa totală a mostrei.

- 20 Concentrațiile compusului sunt exprimate în ppm, definite aici ca mg de compus/kg de masă totală de mostră.

Soluții inițiale

Toate preparările s-au efectuat discontinuu. Cantitățile menționate reprezintă mărimea lotului tipic în care s-au pregătit toate mostrele.

- ✓ Soluția salină s-a preparat prin dizolvarea a 220 g NaCl în 780 g de apă.
- 25 ✓ Soluțiile de lignosulfonat s-au preparat prin adăugarea lentă pulberii de lignosulfonat de sodiu într-o soluție salină agitată viguros. Soluția salină se agită cu un agitator magnetic. Soluțiile de lignosulfonat inițiale conțin fie 30.000, sau 3.000, sau 300 ppm de lignosulfonat.
- 30 ✓ Soluțiile de RM s-au preparat prin adăugarea cu atenție într-o soluție salină agitată viguros. Soluția salină se agită cu un agitator magnetic. Soluțiile inițiale conțin fie 3.000 ppm sau 30.000 ppm de RM.

Soluții finale

Soluțiile finale se obțin prin amestecarea soluțiilor inițiale de lignosulfonat și/sau melasă și adăugarea soluției saline. Trei exemple:

- 35 Soluția salină cu conținut de 1,000 ppm LI și 1,000 ppm RM: se amestecă cu
- 10 grame de soluție inițială conținând 3,000 ppm LI
 - 10 grame de soluție inițială conținând 3,000 ppm RM
 - 10 grame de soluție salină

Soluția salină cu conținut de 1,000 ppm LI și 10 ppm RM: se amestecă cu

- 10 grame de soluție inițială conținând 3,000 ppm LI
- 0,1 grame de soluție inițială conținând 3,000 ppm RM
- 19,9 grame de soluție salină

Soluția salină cu conținut de 10,000 ppm LI și 1,000 ppm RM: se amestecă cu

- 5
- 10 grame de soluție inițială conținând 30,000 ppm LI
 - 10 grame de soluție inițială conținând 3,000 ppm LI
 - 10 grame de soluție salină.

Toate probele au fost preparate după principiul exemplificat mai sus. Toate mostrele au avut o greutate totală exactă de 30 grame, conținută într-un tub Greiner (PP, 50 ml, Greiner BioOne).

10 Condiții experimentale

Aceste tuburi Greiner au fost depozitate în frigider timp de maximum 2 zile până la începerea experimentului. La începerea experimentului tuburile au fost depozitate în congelator la -29°C și evaluate vizual pentru conținutul lor solid cu o precizie de 5-10% per mostră. Evaluarea conținutului solid s-a realizat vizual, implicând estimarea conținutului solid în raport cu volumul total al mostrei. Toate probele au fost triplate și conținutul solid prezent s-a calculat ca medie a celor trei probe.

Rezultate

20 Tabelul 1 este o reprezentare matriceală a tuturor combinațiilor de lignosulfonat și melasă testate în concentrații diferite. Lignosulfonatul este aranjat pe orizontală, cu coloana din stânga prezentând probele fără lignosulfonat. Materia primă de melase este dispusă pe verticală, șirul superior prezentând probele fără melasă. În barele gri concentrațiile aditivilor sunt prezentate respectiv în ppm (mg/kg). Toate numerele din zona albă reprezintă conținutul solid peste 24 de ore.

25 Probele de referință conțin fie lignosulfonat sau melasă, prezentând totdeauna un conținut înalt de substanțe solide, cu toate că nu totdeauna atingând nivelul de 100%. Cu toate acestea, după mai mult timp toate aceste probe de referință s-au solidificat complet fără excepție. Toate celelalte probe, care cuprind atât lignosulfonat, cât și melasă nu se solidifica complet. În toate cazurile, conținutul solid este mult mai mic, decât în referințele lor respective. Din acest tabel se poate conchide, că există o sinergie între lignosulfonat și melasă.

30

Tabelul 1

		Lignosulfonat					
		0	LI	LI	LI	LI	
		ppm	10	100	1000	10000	
Melasă	0	100	100	100	100	100	
	RM	10	100	-	-	0	-
	RM	100	100	-	-	0	-
	RM	1000	100	0	0	0	0
	RM	10000	100	-	-	0	-

În tabelul 2 sunt prezentate rezultatele detaliate ale experimentelor rezumate în tabelul 1. Pentru fiecare intrare se menționează aditivii prezenți și volumul % de substanță solidă prezentă în probă după o anumită perioadă de timp (în ore).

Tabelul 2

Ex.	Compoziție	Marcările axei	Date							
A	fără aditivi	Timp (h) Solide	0 0	1 0	2 87	3 100	5 100	6 100	120 100	
B	10 ppm LI	Timp (h) Solide	0 0	2 80	4 93	6 100	24 100			
C	100 ppm LI	Timp (h) Solide	0 0	2 43	3 80	5 93	6 100	7 100	8 100	25 10
D	1,000 ppm LI	Timp (h) Solide	0 0	2 0	3 57	5 73	7 87	8 87	25 98	
E	10,000 ppm LI	Timp (h) Solide	0 0	2 27	2 27	4 73	6 93	24 100		
F	10 ppm RM	Timp (h) Solide	0 0	1 0	2 2	4 7	21 95	23 100	25 100	
G	100 ppm RM	Timp (h) Solide	0 0	1 0	2 0	4 10	21 100	23 100	25 100	
H	1,000 ppm RM	Timp (h) Solide	0 0	1 0	2 0	4 70	5 98	6 100	23 100	
I	10,000 ppm RM	Timp (h) Solide	0 0	1 0	2 0	4 70	21 83	23 93	25 93	
1	10 ppm LI+1,000 ppm RM	Timp (h) Solide	0 0	3 0	3 0	4 0	7 0	75 0		
2	100 ppm LI+1,000 ppm RM	Timp (h) Solide	0 0	3 0	4 0	7 0	75 0			
3	1000 ppm LI+1,000 ppm RM	Timp (h) Solide	0 0	2 0	3 0	5 0	6 0	7 0	8 0	25 0
4	10,000 ppm LI+1,000 ppm RM	Timp (h) Solide	0	3 0	4 0	7 0	75 0			
5	1,000 ppm LI+10 ppm RM	Timp (h) Solide	0	3 0	4 0	7 0	75 0			
6	1,000 ppm LI+100 ppm RM	Timp (h) Solide	0	3 0	4 0	7 23	75 27			
7	1,000 ppm LI+10,000 ppm RM	Timp (h) Solide	0	3 0	4 0	7 23	75 33			

5

Fig. 1-2 sunt prezentate pentru a ilustra prezenta invenție. Rezultatele exemplelor comparative A, B, C, D, E, H și exemplele 1, 2, 3 și 4 (a vedea Tabelul 2) pot fi găsite în fig. 1, în care:

A - *- reprezintă lipsa aditivilor

I - ○ - reprezintă 10 ppm LI

10 J - ▲ - reprezintă 100 ppm LI

K - □ - reprezintă 1,000 ppm LI

L - ◆ - reprezintă 10,000 ppm LI

D - +- reprezintă 1,000 ppm RM

1 - ● - reprezintă 10 ppm LI+1,000 ppm RM

15 2 - ▲ - reprezintă 100 ppm LI+1,000 ppm RM

3 -■- reprezintă 1,000 ppm LI+1,000 ppm RM

4 -◆- reprezintă 10,000 ppm LI+1,000 ppm RM

Rezultatele exemplelor comparative A, F, G, H, I, D și exemplelor 4, 5, 6 și 7 pot fi găsite în fig. 2, în care:

5 A -*- reprezintă lipsa aditivilor

B -○- reprezintă 10 ppm RM

C -▲- reprezintă 100 ppm RM

D -□- reprezintă 1,000 ppm RM

E -◆- reprezintă 10,000 ppm RM

10 K -+- reprezintă 1,000 ppm RM

5 -●- reprezintă 10 ppm RM+1,000 ppm LI

6 -▲- reprezintă 100 ppm RM+1,000 ppm LI

3 -■- reprezintă 1,000 ppm RM+1,000 ppm LI

7 -◆- reprezintă 10,000 ppm RM+1,000 ppm LI

15

Toate figurile arată sinergia dintre lignosulfonat și melasă. Toate liniile punctate gri (probele care conțin un singur component) cresc rapid până la 100% de conținut solid, în timp ce toate liniile negre (probe cu conținut de amestec de lignosulfonat și melasă) rămân mult sub nivelul liniilor punctate gri.

20

Faptul că compozițiile, conform prezentei invenții, nu devin solide la o temperatură la nivelul de -29°C, au avantajul reducerii deteriorării suprafețelor drumurilor în condiții de iarnă. La urma urmei, după cum se explică în descriere, daunele menționate sunt cauzate de congelarea și decongelarea repetată a compozițiilor apoase în interiorul structurii poroase a drumului, stresul mecanic astfel creat rezultând cu gropi.

25

Exemplul 2: Măsurarea deteriorării asfaltului cauzate de îngheț

S-a selectat o autostradă cu două benzi în fiecare direcție. Ambele direcții aveau calitatea asfaltului și densitatea traficului foarte comparabile și condiții meteorologice identice. Ambele direcții au fost separate fizic și dezghețate prin metoda menționată anterior. În acest mod, compozițiile de referință și de dejivrare au fost aplicate și analizate în mod independent. Pe ambele părți a fost cuantificată dezvoltarea deteriorărilor: fisurile au fost măsurate în metri și clivajul de start a fost exprimat ca procent al zonei. Această analiză s-a efectuat pentru fiecare secțiune de 100 m. Apariția clivajului de strat, uzurii și fisurilor în timpul iernii este prezentată în tabelele 3 și 4.

35

Item	Detalii
Compoziție	Răspândire: 50% din greutate NaCl solidă + 50% din greutate soluție salină saturată (22% din greutate NaCl + 0.3% din greutate LI + 0.3% din greutate RM). Conținutul de aditivi este exprimat în masă uscată.
Referință	Răspândire: 50% din greutate NaCl solidă + 50% din greutate de soluție salină saturată

	(22% din greutate NaCl)
Durata	Un sezon de iarnă (decembrie-martie)
Amplasarea	Danemarca, autostradă, două benzi în ambele direcții.
Asfalt	Beton asfaltic dens, vechimea zece ani, cu unele gropi, uzuri și fisuri existente
Dejivrare	pe tot parcursul iernii au fost efectuate 86 acțiuni de dejivrare
Condițiile climaterice	Temperaturi în special între -5 și +5 ° C, unele precipitații de iarnă.
	51 secțiuni de referință și 49 de secțiuni pe care s-a aplicat compoziția de dejivrare preferată. Fiecare măsură 100 m în lungime.
Analiza	Gropile, uzura și fisurile au fost analizate în conformitate cu Standardul CROW olandez prin inspecții vizuale detaliate: CROW publication 146a, 2005).
Clivajul de strat	Clivajul de strat a fost cuantificat pe fracțiuni de teren utilizat și în categoriile (zero (0), ușor (L), mediu (M) și sever (S)). Aceste categorii sunt parte a standardului Crow menționat.

Tabelul 3

Instalarea clivajului de strat

5

	0-L	L-M	0-M	total
Referință	0.12% (2)	1.39% (13)	0.04% (1)	1.55%
Compoziție de dejivrare	0.34% (1)	0.00% (48)	0.00% (48)	0.34%

În Tabelul 3 sunt prezentate datele privind porțiunea din suprafața de drum, care a suferit deteriorări de tipul clivajului. Modificările produse au fost descifrate ca absența clivajului transformată în clivaj ușor (indicat ca 0 - L, coloana 1), clivaj ușor transformat în clivaj mediu (indicat ca L- M, coloana 2) și absența clivajului transformată în clivaj mediu (indicat ca 0 - M, coloana 3). Numărul de apariții (numărul de 100 m-porțiuni) este prezentat în paranteze. În total, 15 porțiuni de referință de 100 m au fost afectate prin creșterea clivajului, în timp ce numai o porțiune de 100m tratată cu compoziție de dejivrare a prezentat creșterea clivajului. Totalurile menționate în tabelul 3 atestă, că compoziția de dejivrare reduce dezvoltarea clivajului aproximativ de 4 ori.

10

15

Tabelul 4

Instalarea fisurilor

	La începutul iernii	La sfârșitul iernii	Creștere	%
Referință	62,2 (10)	97,2 (11)	35 (5)	56%

Compoziție de dejivrare	126 (20)	147 (20)	21 (2)	17%
-------------------------	----------	----------	--------	-----

5

În Tabelul 4 este prezentat totalul lungimii fisurilor în metri. În paranteze este prezentat numărul de porțiuni cu fisuri. În pofida numărului mare de fisuri inițiale și lungimea totală mare a fisurilor, dezvoltarea fisurilor la utilizarea compoziției de dejivrare este de 3 ori mai redusă.

Rezultatele prezentate atestă, că compoziția de dejivrare, conform invenției, reduce eficient prejudiciile cauzate de îngheț (clivaj și fisuri), comparative cu metoda de dejivrare de referință.

(56) Referințe bibliografice citate în descriere:

1. WO 2004/063154 A2 2004.07.29

(57) Revendicări:

1. Compoziție de dejivrare cu conținut de
 - (i) un agent de dejivrare selectat din grupa constând din clorură de sodiu, acetat de calciu-magneziu, clorură de calciu, clorură de magneziu, clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, formiat de sodiu și formiat de potasiu,
 - (ii) un derivat de lignină în cantitate între 10 ppm și 10.000 ppm și
 - (iii) melasă în cantitate între 10 ppm și 50.000 ppm.
2. Compoziție de dejivrare, conform revendicării 1, în care melasa se selectează din grupa constând din melasă derivată din porumb (sirop), melasă derivată din sfeclă de zahăr, melasă derivată din trestie de zahăr și melasă derivată din struguri.
3. Compoziție de dejivrare, conform revendicării 1 sau 2, în care compoziția de dejivrare este
 - o compoziție apoasă de dejivrare care conține cel puțin 5% din greutate, raportat la greutatea totală a compoziției de dejivrare, de agent de dejivrare,
 - o compoziție solidă de dejivrare care conține cel puțin 50% din greutate, raportat la greutatea totală a compoziției de dejivrare, de agent de dejivrare
 sau
 - o compoziție de dejivrare sub formă de suspensie, care conține agent de dejivrare în cantitate ce depășește concentrația de saturație.
4. Compoziție de dejivrare, conform oricăreia dintre revendicările 1-3, în care melasa se selectează din grupa constând din melasă derivată din porumb (sirop), melasă derivată din sfeclă de zahăr, melasă derivată din trestie de zahăr și melasă derivată din struguri.
5. Compoziție de dejivrare, conform oricăreia dintre revendicările 1-4, în care agentul de dejivrare este clorură de sodiu.
6. Compoziție de dejivrare, conform oricăreia dintre revendicările 1-5, în care derivatul de lignină reprezintă lignosulfonat.
7. Procedeu de preparare a compoziției de dejivrare, conform oricăreia dintre revendicările 1-6, care prevede etapa de pulverizare a unei soluții apoase de tratare, care conține un derivat de lignină și melasă, pe un agent de dejivrare selectat din grupa constând din clorură de sodiu, acetat de calciu-magneziu, clorură de calciu, clorură de magneziu, clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, formiat de sodiu și formiat de potasiu.
8. Procedeu, conform revendicării 7, în care agentul de dejivrare este clorură de sodiu, derivatul de lignină este prezent în compoziția de dejivrare obținută în cantitate între 10 ppm și 10.000 ppm și melasa este prezentă în compoziția de dejivrare obținută în cantitate între 10 ppm și 50.000 ppm.

9. Procedeu, conform oricăreia dintre revendicările 7-8, în care melasa se selectează din grupa constând din melasă derivată din porumb (sirop), melasă derivată din sfeclă de zahăr, melasă derivată din trestie de zahăr și melasă derivată din struguri.

10. Procedeu de dejivrare a unei suprafețe, care cuprinde etapa de răspândire a compoziției de dejivrare, conform oricăreia dintre revendicările 1-6, pe suprafața menționată.

11. Procedeu, conform revendicării 10, în care agentul de dejivrare reprezintă clorură de sodiu.

12. Procedeu, conform revendicării 10 sau 11, în care melasa se selectează din grupa constând din melasă derivată din porumb (sirop), melasă derivată din sfeclă de zahăr, melasă derivată din trestie de zahăr și melasă derivată din struguri.

13. Procedeu conform oricăreia dintre revendicările 10-12, în care suprafața este selectată din grupa constând din drum asfaltat cu asfalt neporos, drum asfaltat, drum asfaltat cu asfalt poros, drum betonat, drum bituminat, drum de cărămidă, drum de prundiș, drum pietruit, drum neasfaltat și trotuar.

14. Procedeu conform oricăreia dintre revendicările 10-13, în care pe m^2 de suprafață menționată se introduce între 1 și 50 g de agent de dejivrare, între 0,01 și 500 mg de derivat de lignină și între 0,01 și 2500 mg de melasă.

15. Set de componente pentru utilizare în procedeul, conform oricăreia dintre revendicările 10-14, setul de componente cuprinzând

- o compoziție antijivrare care conține agent de dejivrare selectat din grupa constând din clorură de sodiu, acetat de calciu-magneziu, clorură de calciu, clorură de magneziu, clorură de potasiu, acetat de potasiu, acetat de sodiu, formiat de sodiu și formiat de potasiu în calitate de component (a) și un component solid cuprinzând un derivat de lignină și melasă în calitate de component (b).

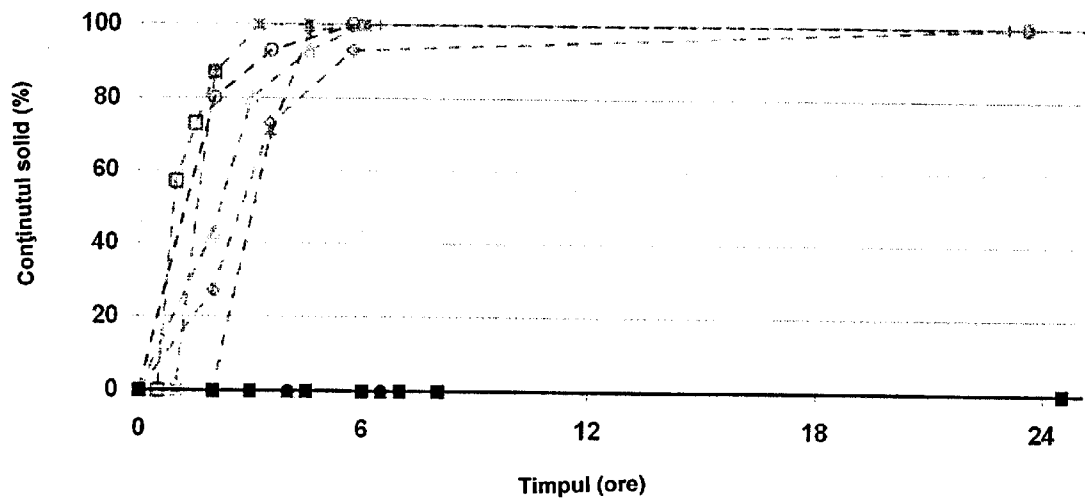


Fig. 1

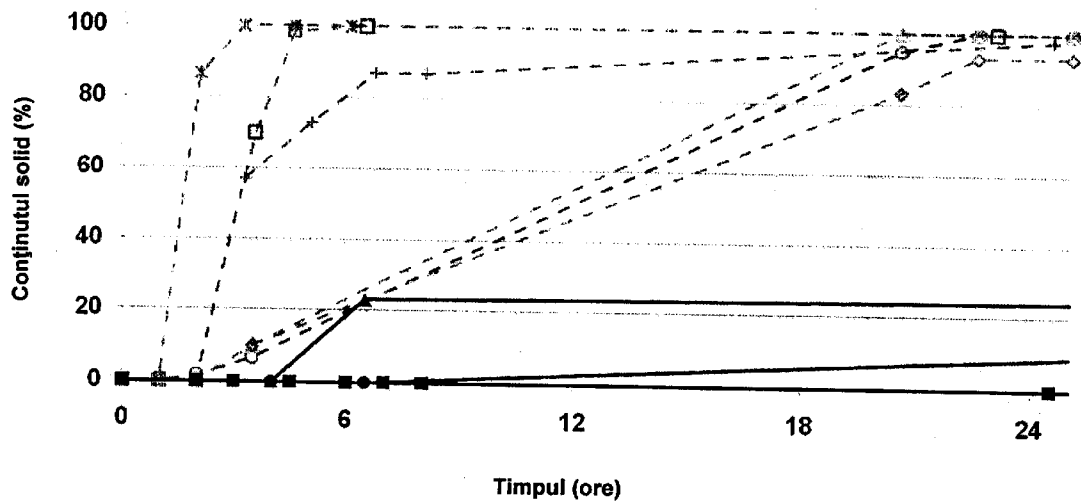


Fig. 2