

437396

P.- 60.417

RGMS/NO'C/

MP195

Int. Cl. C04B

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de ALBRIGHT & WILSON LIMITED

entidad británica

establecida en P.O. Box 3, Oldbury, Warley, West
Midlands, Inglaterra.

por: "UN METODO PARA FABRICAR CEMENTO"

7.9.75

- 1 -

El presente invento se refiere a agentes de inclusión de aire para materiales de construcción a base de cemento. Es usual en la práctica añadir agentes de inclusión de aire a las mezclas a base de cemento tales como hormigón y mortero, con el fin de incluir u ocluir burbujas microscópicas de aire en la mezcla. Esto imparte ciertas ventajas al hormigón o mortero. En Primer lugar plastifica la mezcla, haciéndola más manejable y a este respecto el agente de inclusión actúa a menudo como sustituto, al menos en parte, de la caliza. En segundo lugar, cuando fragua el hormigón o mortero las burbujas ocluidas aumentan su elasticidad, su resistencia a las soluciones salinas y sobre todo, su resistencia al efecto perjudicial del hielo.

La mayor parte de los materiales propuestos hasta ahora para empleo como agentes de inclusión de aire han adolecido de la grave desventaja de si no son empleados en condiciones óptimas, por ejemplo si la dosificación de tiempo de mezcla es excesiva, hay un grave riesgo de ocluir demasiado aire y debilitar por tanto el producto. Es extremadamente difícil en la práctica, asegurar que no existen tales desviaciones de las condiciones óptimas de mezcla. Son conocidos ciertos materiales, a base de resina natural, que originan

la inclusión rápida de aire durante el período inicial de mezcla, hasta que la cantidad de aire ocluida alcanza un nivel determinado por la cantidad de agente de inclusión presente y después de esto la cantidad de
5 inclusión adicional es muy lenta. Por consiguiente estos materiales a base de resina reducen mucho el riesgo de sobremezcla y por otra parte, son menos sensibles a la sobredosificación.

Se ha descubierto ahora que un grupo particular de materiales sintéticos presentan propiedades de
10 mezcla muy similares al material a base de resina natural empleado hasta ahora. El parecido es suficientemente grande para permitir al primero ser ampliamente aceptado como sustituto del último.

15 El presente invento proporciona, de acuerdo con una realización, un método de fabricar materiales de construcción a base de cemento con aire, que comprende emplear en el material como agente de inclusión de aire, un sulfosuccinamato soluble en agua.

20 El sulfosuccinamato tiene la fórmula
 $RNHCOCH(SO_3M)CH_2COOM$ ó $RNHCOCH_2CH(SO_3M)COOM$ en donde R es preferiblemente un grupo hidrocarbonado saturado o insaturado que tiene al menos 4, preferiblemente 8 a 22, por ejemplo 12 a 18 ó 10 a 14 átomos de carbono, espe-
25 cialmente 12 átomos de carbono o un grupo alcohilalcoxi,

alcoholpolialcoxi, alquenalcoxi o alquenalcoxi en donde el resto alcohol o alqueno tiene al menos 4, por ejemplo 8 a 22 preferiblemente 10 a 14 átomos de carbono, el grupo alcoxi es preferiblemente etilenoxi y el grupo contiene preferiblemente una media de 1 a 20 restos alcoholenoxi, por ejemplo 3 a 7 mas preferiblemente 3 a 6, y cada M es preferiblemente metal alcalino, amonio o una base orgánica. Los metales representados por M pueden ser iguales o diferentes.

R puede ser por ejemplo un grupo cocoilo, laurilo, estearilo, oleilo u octilo o un grupo dodeciltrietilenoxi o un grupo miristilpolietilenoxi. M puede ser por ejemplo litio, sodio, potasio, amonio o un grupo alcohol-amonio mono, di, tri o cuaternario, por ejemplo R_1NH_3 , $R_1R_2NH_2$, $R_1R_2R_3NH$, $R_1R_2R_3R_4N$, en los que R_1 , R_2 , R_3 , R_4 pueden ser cualquier combinación de grupos alcohol de C_1 a C_6 , tal como un grupo tetrametilamónio, dietilamónio, trietilamónio, monometilamónio, dimetildipropilamónio o tributilamónio, o una alcoholamina o alcanolamina o un derivado.

Ejemplos típicos de sales adecuadas incluyen cocoilsulfosuccinamato diamónico, estearilsulfosuccinamato disódico y etanolamina-oleilsulfosuccinamato de potasio.

Un problema que se ha encontrado cuando se

emplean sulfosuccinamatos como se ha dicho antes es la solubilidad relativamente baja de ciertos sulfosuccinamatos en agua y la estabilidad indeseablemente baja de las soluciones, que algunas veces dan como resultado que el sólido se separe de la solución en tiempo frio.

Se ha descubierto que los sulfosuccinamatos y ciertos agentes tensioactivos son mutuamente compatibles y proporcionan mezclas que forman soluciones acuosas relativamente estables, que tienen propiedades comparables, cuando se añaden al cemento, a las de los sulfosuccinamatos solos.

Por consiguiente, de acuerdo con una realización adicional, el presente invento proporciona una composición de inclusión de aire que comprende desde 5 a 40% en peso de un sulfosuccinamato, de 5 a 40% de un sulfosuccinato y el resto de un alcoholbencenosulfonato.

El sulfosuccinamato puede ser cualquiera de los que se han descrito en esta memoria y con las mismas preferencias.

El sulfosuccinato puede ser cualquier sal soluble en agua de un anión alcoholisulfosuccinato que tiene la fórmula



5 en donde R tiene el mismo significado anterior. n tie-
 ne preferiblemente un valor medio de 1 a 7, más pre-
 feriblemente de 3 a 7, por ejemplo 3 a 6. El catión
 puede ser cualquiera de los que se describen por el
 símbolo M como se ha empleado antes. Es generalmente
 conveniente emplear un sulfosuccinato que tenga el
 10 mismo catión y preferiblemente el mismo grupo alcoholo
 que el sulfosuccinamato.

Los sulfosuccinatos y sulfosuccinamatos para
 empleo de acuerdo con cualquier realización del presente
 invento se eligen generalmente de mezclas comercialmen-
 15 te disponibles de sales de alcoholo, alcoholalcoxi o
 alcoholpolialcoxi. En los materiales más preferibles
 los grupos alcoholo incluyen al menos 20% en peso de
 grupos alcoholo con 14 o más átomos de carbono. Los
 alcoholes mixtos adecuados para empleo en proporcionar
 20 los grupos alcoholo son mezclas que comprenden cada
 una al menos 20% en peso de alcoholes que tienen de 12
 a 14 átomos de carbono respectivamente. Dichas mezclas
 están disponibles comercialmente con los nombres de mar-
 cas registradas Alfol 1012, Alfol 1214, y Alfol 1412
 25 (vendidas por Conoco), Ethyl CO 1214 (Ethyl Corporation),

Dobanol 23 y Dobanol 25 (Shell) y Laurex NG (Marchon División de Albright & Wilson). Pueden también utilizarse mezclas derivadas de alcoholes superiores, tales como mezclas de alcoholes predominantemente de C₁₆/C₁₈.
5 Así el grupo alcohol puede derivarse de una amplia gama de precursores de alcohol y puede comprender por ejemplo de 20 a 90, 20 a 80, 20 a 70, 30 a 90, 30 a 80; 30 a 70, 40 a 90, 40 a 80, o 40 a 70% en peso de cualquiera de los alcoholes alifáticos de cadena lineal o
10 ramificada que tienen 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19 o 20 átomos de carbono.

El alcoholbencenosulfonato para empleo de acuerdo con la segunda realización del presente invento, puede ser cualquier sal soluble en agua de un ácido alcoholbencenosulfónico en donde el grupo alcohol
15 tiene de 8 a 22 átomos de carbono. Los alcoholbencenosulfonatos preferidos tienen de 10 a 14, por ejemplo 12 átomos de carbono alifáticos. La sal es preferiblemente una sal de sodio, pero también puede ser por
20 ejemplo, una sal de potasio, litio o amonio o una sal de amina o alcanolamina.

La mezcla contiene preferiblemente de 10 a 35% en peso de sulfosuccinato y de 10 a 35% en peso de sulfosuccinamato.

25 El presente invento proporciona además solu-

luciones acuosas de las mezclas por ejemplo en concentraciones de 0,01% hasta la saturación, preferiblemente de 0,1 a 10%, por ejemplo de 1 a 7%.

Típicamente la dosificación empleada de acuerdo con cualquiera de las realizaciones del presente invento pueden proporcionar desde 0,001% a 10% del sulfosuccinamato respecto al peso del cemento, preferiblemente de 0,01 a 1,0%, por ejemplo 0,012%. Los sulfosuccinamatos se disuelven preferiblemente en el agua empleada para formar la mezcla, antes de realizar la mezcla.

Los agentes de inclusión de acuerdo con cualquier realización del presente invento se emplean de forma preferible sustancialmente del mismo modo que los agentes de inclusión de aire de la técnica anterior para preparar cemento, hormigón o mortero por técnicas bien conocidas en este campo. Generalmente la mezcla comprende cemento, arena y la solución acuosa del agente de inclusión. La mezcla contiene generalmente una gravilla y puede incluir opcionalmente caliza. Las proporciones varían de acuerdo con el tipo del producto requerido. Las proporciones adecuadas son bien conocidas en la técnica. Por ejemplo la proporción de cemento a arena puede estar entre 1:2 y 1:15 en peso, estando las mezclas comúnmente empleadas entre 1:3, 1:6 y

1:8. Algunos morteros contienen proporciones de cemento a arena de 1:9 a 1:12 en peso. Las proporciones anteriores no son sin embargo limitativas y para algunos fines pueden preferirse proporciones fuera de los intervalos anteriores.

Además de cemento y arena, la mayor parte de las mezclas de hormigón contienen adicionalmente gravillas tal como grava. En cada una de las mezclas especificadas antes, al menos una parte de la arena puede sustituirse por grava u otras cargas inertes, para variar las propiedades del hormigón.

El invento se aplica a cualquiera de los cementos empleados en la industria de la construcción que puedan airearse, incluyendo los cementos Portland e hidráulicos, especialmente cemento de mampostería.

Primeramente se mezclan exhaustivamente el cemento y la arena junto con la grava o caliza y luego se añade el agua, que contiene el agente de inclusión. Típicamente se añade al menos suficiente agua para hidratar el cemento. Antes era necesario añadir un exceso sustancial de agua con el fin de asegurar una mezcla manejable, con consecuencias adversas para las propiedades del hormigón. El empleo de agentes de inclusión de aire permite obtener una mezcla manejable con excesos de agua relativamente pequeños. La proporción puede variar dentro de amplios

límites, pero es preferible emplear la cantidad mínima que proporcionará una mezcla suficientemente manejable para los requerimientos del usuario. En un ejemplo típico la cantidad de agua puede ser aproximadamente $2/3$ del peso del cemento. Los tiempos de mezcla normal están comprendidos entre 5 y 10 minutos, pero un aspecto de este invento es que la desviación de los tiempos de mezcla normal no es crítica.

El invento se ilustrará por los siguientes Ejemplos:

EJEMPLO 1

Se mezclaron exhaustivamente 600 g de cemento Portland en polvo y 1650 g de arena y se añadió una solución de $1/2$ g de cocoil-sulfosuccinamato de amonio en 400 g de agua.

El contenido de aire ocluido aumentó rápidamente al 17% después de 10 minutos de mezcla y luego más lentamente hasta 24% después de 10 minutos más. Después de esto la cantidad de aire ocluida permaneció sustancialmente constante. Después de un total de 60 minutos el contenido de aire era 26%. Todos los porcentajes de aire están expresados respecto al volumen, medido por el método descrito en la norma británica BS 4887:1973.

EJEMPLO 2

Se preparó un mortero por el método definido en la norma británica 4551(4,2) empleando 2800 g de arena que comprende Grado A (2,36-1,18 mm) (700 pts);
5 Grado B (1,18 mm-600 μ m) (700 pts); Grado C (600-300 μ m) (700 pts); Grado D (300-150 μ m) (420 pts) y Grado E (150-90 μ m) (280 pts), cemento Portland ordinario (O.P.C.) (800 g) y agua (416 g) que contiene 0,24 g
10 (40% de materia activa) de oleil-sulfosuccinamato de sodio, que representa la dosis recomendada del 0,03% en peso sobre el cemento, de modo que se da al mortero una consistencia según la norma británica 4551;
5,2) de 10,3 mm. Después de 2 minutos y medio de mezcla, el contenido de aire se determinó por el método
15 de la densidad (Norma británica 4551; 7,2) y era de 15,6%. Una segunda determinación, después de 4 minutos más dió un aumento de solamente 18,4%. Este comportamiento cal dentro de los límites definidos por la
20 norma británica 4887, en la que la determinación segunda no excederá una primera determinación de entre 15 y 22%, en más de una cifra de 7.

Luego se prepararon cubos normalizados de mezcla de mortero similar de 3,81 cm de lado de la
25 forma recomendada por la norma británica 4551 (10,1)

y se curaron después bajo agua a $20 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ durante períodos de 7 y 28 días, determinándose las resistencias a la compresión. Se encontraron que las medias de varias determinaciones de la resistencia eran 97,5 kilo-Newton (7 días) y 123 kilo-Newton (28 días).

Como comparación, se preparó un mortero similar al detallado en el Ejemplo 1, en el que el agente de inclusión de aire a base de sulfosuccinamato fue reemplazado por un aditivo a base de resina natural comercialmente disponible de la clase que había sido ensayada ampliamente y empleada durante muchos años. Se preparó un mortero con las mismas cantidades de arena y cemento en el Ejemplo 1 en el que la dosificación recomendada de agentes de inclusión de aire a base de resina se añadió en 435 ml de agua para dar una consistencia de 10,2 mm. Los contenidos de aire se encontraron que eran 20,1 (2 minutos y medio) y 29,4% (6 minutos y medio), mientras que los ensayos de resistencia a la compresión de los cubos preparados como se ha indicado antes fueron de 80 kN (7 días) y 86 kN (28 días).

EJEMPLO 3

Se preparó un mortero como se ha descrito

5 en el Ejemplo 1, en el que el agente de inclusión de
aire era sebo-sulfosuccinamato de sodio. Se empleó
una dosificación de 0,03% en peso de cemento que re-
quería 426 ml de agua para dar un mortero de consis-
tencia 10,3 mm. Se encontraron que los contenidos de
aire eran 15,9% (primera determinación) y 18,3% (se-
gunda determinación). Las resistencias a la compre-
sión determinadas en cubos de 3,81 cm eran de 90
kN (7 días) y 119 kN (28 días).

10

EJEMPLO 4

15 Se preparó un mortero por el método que se
ha descrito en el Ejemplo 1, en el que el agente de
inclusión de aire fue cocoil-sulfosuccinamato de so-
dio. Se empleó la dosificación recomendada de 0,03%
en peso de cemento junto con 426 ml de agua para dar
al mortero una consistencia de 10,1 mm. Los conteni-
dos de aire fueron 18,1 (primera determinación) y
20 25,0 (segunda determinación) después de 4 minutos más
de mezcla. Las determinaciones de la resistencia a la
compresión en un cubo de 3,81 cm tenían como valores
medios 71 kN (7 días) y 82 (28 días).

25

EJEMPLO 5

Partes iguales de un alcohol-benceno-sulfonato mixto neutralizado con sodio activo al 30% que
5 tenía una media de 12 átomos de carbono alifáticos, lauril/miristilsulfosuccinato etoxilado mixto disódico que contenía una media de 3 moles de óxido de etileno por mol y cocoil-sulfosuccinamato de sodio se
mezclaron juntos para formar una mezcla soluble en
10 agua y estable. Se preparó una solución acuosa de una parte de mezcla por 19 partes de agua. El producto se empleó como agente de inclusión de aire en un mortero preparado como se describió en el Ejemplo 1. La dosificación recomendada de 0,015% en peso de cemento se
15 añadió a 413 ml de agua para dar al mortero una consistencia de 9,5 mm.

Los contenidos de aire obtenidos como se detalló en el Ejemplo 1 fueron de 16,1% (primera determinación) y 22,1% (segunda determinación) después
20 de una mezcla adicional de 4 minutos. Las cifras de la resistencia a la compresión medias para los cubos de 3,81 cm de lado fraguados como en el Ejemplo 1 fueron de 85 kN (7 días) y 103 kN (28 días).

En los Ejemplos 1 a 4 anteriores se impusieron algunas limitaciones debido a la solubilidad rela-
25

tivamente baja de los sulfosuccinamatos en agua. Estos problemas se superaron empleando las composiciones del Ejemplo 5.

5 Para comparación, se realizaron ensayos empleando los agentes de inclusión siguientes, a un régimen de dosis de 0,028%.

A. Alcohil-benceno-sulfonato de sodio (alcohilo medio de C_{16}) solo.

10 Este se comportó insatisfactoriamente dando los siguientes tantos por cientos de aire ocluido: después de 5 minutos: 16,5; 10 minutos: 19,0, 20 minutos: 22,5; 60 minutos: 31.

15 B. Una mezcla de alcohil-benceno-sulfonato de sodio y cocoil-sulfosuccinamato de sodio. La mezcla era inestable y tendía a separarse, aunque el comportamiento en el ensayo de inclusión fue satisfactorio.

C. Una mezcla de alcohil-benceno-sulfonato de sodio y lauril/miristil-sulfosuccinato etoxilado con 3 moles disódico. La mezcla no se comportó aceptablemente.

20 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, el 5 de mayo de 1974, bajo el Nº 03766, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

20-5-75

- 15 -

- REIVINDICACIONES -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son
5 los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1a.- Un método para fabricar cemento que comprende colocar juntos en una cámara de mezcla giratoria, arena, cemento en polvo y una solución acuosa que contiene de 0,0001% a 10% de una sal de sulfosuccinamato
10 soluble en agua basado en el peso del cemento, opcionalmente junto aglomerado grueso y caliza, y hacer girar dicha cámara de mezcla con lo cual se agita la mezcla y queda atrapado aire en dicha mezcla.

2a.- Un método según la reivindicación 1a, en el
15 que dicha solución acuosa contiene una mezcla de sales orgánicas que comprenden de 5 a 40% y preferiblemente 10 a 35% en peso basado en la mezcla de sal de sulfosuccinamato soluble en agua, de 5 a 40% y preferiblemente
20 10 a 35% en peso de una sal de sulfosuccinato soluble en agua, consistiendo el resto de la mezcla en una sal de alcoholbenceñosulfonato soluble en agua.

3a.- Un método para fabricar cemento.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

22 SET. 1975

P.A.

Alberto de Eizaburu
Por Poder