



11 ABR 1978  
CONCEDIDA

10 ES	11 NUMERO	10 A1
21	462.386	
22	FECHA DE PRESENTACION	
	15-9-77	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
38190/76	15 de septiembre de 1976	INGLATERRA

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C04B	

54 TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN MORTERO DE SULFATO DE CALCIO SEMIHI-DRATADO ENDURECIDO.

71 SOLICITANTE (S)

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Imperial Chemical House, Millbank, Londres SW1P 4QG, Inglaterra.

72 INVENTOR (ES)

HENRY KINNY KENNEDY-SKIPTON,

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

GOMEZ-ACEBO

Esta invención se refiere a un procedimiento para la preparación de composiciones de mortero de semihidrato de sulfato de calcio endurecidas, a una lechada de mortero acuosa inhibida al fraguado (fraguado-retardada), a una composición promotora del fraguado (denominada a continuación como promotor) para inducir un fraguado rápido de dicha lechada, a un procedimiento para fijar un elemento de soporte reforzante en un agujero en una masa rocosa por medio de dicha composición de mortero y a un sistema de fijación de mortero de dos componentes en el que uno de los componentes contiene una lechada de mortero inhibida y el otro contiene dicho promotor.

Hay un uso creciente de composiciones de mortero de semihidrato de sulfato de calcio para fijar elementos de soporte reforzantes en agujeros en masas rocosas como se ha descrito en nuestra solicitud de patente del Reino Unido copendiente No. 45925/75. Dichos morteros están sustituyendo a las composiciones de fijación de resina de poliéster para fijar pasadores de retención y gorriones en minas cuando la elevada inflamabilidad y toxicidad de algunos de los ingredientes de las composiciones de resina da lugar a riesgos inaceptables. No obstante, dado que el fraguado del mortero se verifica en un corto espacio de tiempo tras el mezclado con la cantidad de agua necesaria, la lechada de mortero no fraguada no puede ser almacenada y debe por tanto ser preparada a pie de obra e inyectada dentro del agujero inmediatamente después del mezclado. Los gorriones deben ser por tanto insertados en la posición en el agujero antes, o inmediatamente después del mortero y existe siempre el peligro de que el mortero frague prematuramente en el agujero o en el equipo de inyección. Puesto que el procedimiento requiere equipo de mezclado y bombeado a pie de obra

esto es practicable unicamente en operaciones de gran escala y esto es inconveniente y costoso cuando solamente un pequeño número de elementos de fijación deben asegurarse a un mismo tiempo.

5 El periodo de fraguado de los morteros de semihidrato de sulfato de calcio puede ampliarse por la inclusión de retardadores, por ejemplo, proteina, sales sódicas y amónicas de los ácidos cítrico, glucónico y aconítico, y carboximetil celulosa sódica. La extensión del tiempo de fraguado que puede lograrse es, no obstante, limitada a horas o, como máximo, a unos pocos días y el tiempo del eventual fraguado no puede ser controlado exactamente. Los morteros que tienen tiempos de fraguado muy amplos no han sido usados por lo tanto como alternativa de morteros mezclados a pie de obra aun cuando agentes retardadores son comúnmente usados para asegurar un plazo de fraguado adecuado para preparar la lechada de mortero e inyectarla en los agujeros.

Las composiciones de fijación de resina de poliéster son mas convenientes que los morteros en muchas aplicaciones, ya que las resinas son usadas normalmente como sistemas de dos componentes, los componentes se toman juntos y se mezclan en el agujero para preparar la composición de fraguado. Asi, en las composiciones de resina que estan disponibles, los diferentes componentes estan encapsulados en recipientes frangibles, los cuales se insertan en el agujero antes del gorrón, siendo partidos los recipientes subsecuentemente y sus contenidos mezclados por rotación del gorrón al tiempo que es fijado, como se ha descrito en las memorias de las patentes del Reino Unido Nos. 953.056 y 1.297.554. La encapsulación separada del mortero y del agua componente de la lechada de

mortero se ha revelado impracticable dado que el grado de mezcla que se obtiene en el agujero no es suficiente para dar una pasta de consistencia uniforme. Así pues sería ventajoso encontrar una lechada de mortero acuosa que pudiese ser almacenada sin fraguado durante un largo periodo de tiempo y que fraguase en un agujero de una forma controlada cuando fuese necesario. De acuerdo con esto es un objeto de esta invención proporcionar dicha composición de lechada de mortero.

Hemos descubierto ahora que el fraguado de la lechada de mortero de semihidrato de sulfato de calcio puede ser aplazada durante largos periodos de tiempo por adición de ciertos inhibidores y hemos encontrado además que la acción inhibidora de fraguado de estos inhibidores puede ser neutralizada por la adición de ciertas sales inorgánicas (denominadas a continuación promotores) para dar composiciones de fraguado extremadamente rápido.

De acuerdo con esta invención se proporciona un método para preparar un mortero de semihidrato de sulfato de calcio endurecido que comprende formar una composición de lechada de mortero inhibida que contenga semihidrato de sulfato de calcio, agua y un agente de inhibición del fraguado, mezclar con dicha lechada un promotor reaccionable con dicho agente inhibidor del fraguado con lo que el efecto de impedimento del fraguado del agente de inhibición del fraguado es neutralizado y se induce el fraguado de la composición de lechada.

Una lechada de mortero de semihidrato de sulfato de calcio inhibido preferida, cuya lechada está incluida igualmente en la invención, comprende semihidrato de sulfato de calcio aforado con agua que contiene en solución, como agente de inhibición del fraguado, un polímero o copolímero de un ácido mono

carboxílico que tenga la fórmula  $R^1HC=CR^2-COOH$  en la que  $R^1$  y  $R^2$  pueden ser iguales o diferentes y son hidrógeno o metilo, o una sal hidrosoluble de dicho polímero o copolímero. Esta lechada de mortero inhibida es valiosa no solamente como precursor de un mortero fraguado, debido a su elevada tixotropía y propiedades lubricantes, sino que también es un auxiliar de taladrado extremadamente eficaz para la perforación de pozos de petróleo.

Copolímeros de ácido acrílico o metacrílico y un alquil éster del ácido acrílico o metacrílico que contienen 5 a 60 % molar de éster en el que el grupo alquilo contiene de 1 a 8 átomos de carbono, por ejemplo, acrilato de metilo, se han revelado ventajosos agentes de inhibición del fraguado. El agente de inhibición del fraguado polímero puede estar convenientemente en forma de sal sódica o amónica. Preferentemente el peso molecular del polímero o copolímero está comprendido en el rango de 2.000 a 75.000. Cuando el agua dosificada, que generalmente constituye del 30 al 40 % peso/peso de la lechada de mortero contiene más de 0,1 partes de agente inhibidor del fraguado polímero por cada 100 partes de semihidrato, el fraguado es diferido casi indefinidamente. Preferentemente la concentración del agente inhibidor del fraguado polímero en la lechada de mortero está comprendida entre 0,4 y 1,0 % en peso.

El efecto de inhibición es más pronunciado con morteros basados en yeso alfa o yeso beta y es óptimo con el primer grado de semihidrato de sulfato de calcio.

Con objeto de evitar la separación de agua de la lechada de mortero durante el almacenamiento, la lechada contiene ventajosamente un agente espesante macromolecular, por ejemplo, éster celulosa no iónica soluble en agua o goma natural.

5 Espesantes adecuados incluyen goma guar y las alquil, hidroxi-  
alquil y alquil hidroxialquil celulosas hidrosolubles en las  
que el grupo alquilo es metilo, etilo o propilo. La viscosi-  
dad del espesante debe ser preferentemente tal que una solu-  
ción al 2 % peso/peso en agua a 20°C tenga una viscosidad de  
20 a 100.000 centipoises, y más preferentemente la viscosidad  
debe ser de 3.000 a 7.000 centipoises. La concentración del  
espesante en la lechada de mortero es preferentemente de 0,5  
a 4 % en peso.

10 La lechada de mortero contiene también preferente-  
mente un agente antiespuma para suprimir entrada de aire y es-  
pesado de la lechada de mortero durante las operaciones de mez-  
clado subsecuentes. Para esta finalidad la inclusión de 20 a  
200 partes por millón de una emulsión de silicona que contenga  
15 de 10 a 30 % de dimetil polixilosano que tenga un peso molecu-  
lar de 25.000 a 30.000 aproximadamente es efectivo generalmen-  
te.

20 La lechada de mortero puede contener también opcio-  
nalmente un material de relleno tal como, por ejemplo, arcilla  
de china, perlita, ceniza de fuel, cuarzo fluor, dióxido de  
titanio u óxido de hierro rojo.

25 En la preparación de la lechada de mortero el orden  
de incorporación no es crítico pero cuando la composición in-  
cluye un espesante, el espesante debe disolverse preferentemen-  
te antes en el agua de mezclado y los ingredientes restantes  
se agregan a continuación a la solución.

30 El fraguado de la lechada de mortero inhibida prefe-  
rida que contiene ácido carboxílico polímero puede efectuarse  
rápidamente de una forma controlada cuando se requiere por mez-  
clado de la lechada con un promotor que comprenda al menos una

sal de hierro, cobre o aluminio. Generalmente se prefieren las sales de aluminio debido a su baja toxicidad. Sales férricas y cúpricas son mucho más eficaces que las sales ferrosas o cuprosas y son por tanto preferibles. El catión de la sal promotor no es crítico, pero los nitratos, sulfatos y cloruros son convenientes.

Puesto que un exceso de las composiciones de promotor puede atenuar el fraguado del mortero y el tiempo de fraguado no dependen en gran medida de la concentración del promotor, es preferible emplear la cantidad mínima de promotor que puede ser dispersada adecuadamente. Generalmente una cantidad de promotor correspondiente a 0,5 a 3 partes en peso de la sal activa por cada 100 partes en peso de la lechada de mortero es suficiente, concentraciones superiores son necesarias para sales cúpricas y de aluminio que para las sales férricas.

El promotor se emplea preferentemente entre 1 y 25% peso/peso, preferentemente entre 5 y 20 % peso/peso como solución acuosa y para manipulación conveniente es ventajoso usualmente mezclar el espesante y el relleno en la composición de promotor. Espesantes adecuados incluyen los agentes espesantes hidrosolubles utilizables para espesar lechadas de mortero, la concentración preferida en el agua es de 0,1 a 10 % peso/peso. Rellenos adecuados incluyen arcilla de china, cuarzo fluor, dióxido de titanio óxido de hierro rojo, perlita y ceniza de fuel, la cantidad de relleno es preferentemente de 50 a 500 % en peso de la de agua. Aun cuando en la preparación de la composición de promotor espesada el orden de mezclado de los ingredientes no es crítico, es generalmente más adecuado disolver el espesante en el agua antes de agregar el resto de los ingredientes.

Cuando el promotor que comprende sales férricas, cúpricas o de aluminio se mezcla con la lechada de mortero inhibida, la mezcla se vuelve muy tixotrópica antes de comenzar a endurecer, siendo el efecto mas notable con sales férricas y cúpricas que con sales de aluminio. Esto es una ventaja cuando una composición no fluyente es deseada, por ejemplo, para rellenar cavidades inclinadas ascendentes. No obstante cuando la mezcla ha sido preformada en situaciones relativamente inaccesibles, por ejemplo, por medios de un gorrón giratorio en un agujero, el endurecimiento inicial provoca dificultades de mezclado debido a que el gorrón tiende preponderantemente a taladrar un agujero en la lechada de mortero espesada. Hemos encontrado que este endurecimiento inicial puede reducirse bastante por reacción parcial de la sal de hierro, cobre o aluminio del promotor con el agente de inhibición de fraguado ácido carboxílico polímero anteriormente mencionado, opcionalmente en forma de ácido o de sal antes del mezclado con la composición de lechada inhibida.

Preferentemente la sal promotor se hace reaccionar con 0,5 a 10 partes de ácido carboxílico polímero por cada 100 partes de sal. Esta composición promotora parcialmente reaccionada es más fácil de preparar que el promotor no reaccionado ya que cuando se agrega la sal sólida directamente a una lechada acuosa que contiene espesante, ácido carboxílico polímero y un relleno, la sal es absorbida inmediatamente en la lechada para producir una pasta espesada de consistencia uniforme. El promotor reaccionado es más espeso que las formulaciones correspondientes sin reaccionar de modo que es necesario menos cantidad de relleno para obtener cualquier consistencia dada y no excederá del peso de agua. Las formulacio

nes de promotor reaccionadas son más fáciles de extruir lo cual es una ventaja para el empaquetado de las mismas en recipientes. Dado que el promotor parcialmente reaccionado es más fácil y rápidamente absorbido, la composición de promotor puede contener una concentración más elevada de sal activa, convenientemente del 50 % peso/peso en la solución acuosa. Adicionalmente el promotor parcialmente reaccionado reacciona más rápidamente con el agente de inhibición de fraguado ácido carboxílico polímero, en la lechada de mortero y da tiempos de fraguado de mortero notablemente reducidos.

El fraguado rápido controlado de los morteros es extremadamente ventajoso en la fijación de gorriones en roca y constituye otro aspecto de la invención un método para fijar un gorrón de refuerzo en un agujero en una masa rocosa en el que la lechada de mortero de semihidrato de sulfato de calcio inhibida anteriormente descrita mezclada con un promotor que comprende al menos una sal férrica, cúprica o de aluminio es colocada alrededor de un elemento de fijación en un agujero y se deja fraguar.

Los materiales de fijación se suministran convenientemente como dos componentes que se suministran separadamente y se mezclan en el agujero y la invención incluye por lo tanto un sistema de fijación de dos componentes en el que un componente contiene la lechada de mortero inhibida y el otro contiene el promotor.

El promotor está convenientemente en una forma fluida y ambos componentes pueden ser inyectados convenientemente simultáneamente dentro del agujero. Alternativamente los componentes separados pueden ser encapsulados en recipientes quebrables para fácil cargado dentro del agujero, adaptándose

Los recipientes a ser quebrados y sus contenidos mezclados por un gorrón que se hace girar cuando es insertado en el agujero. Los recipientes pueden hacerse convenientemente de un material de película a prueba de agua y recipientes de plástico termoes-  
5 tables, por ejemplo, polietileno, polipropileno, tereftalato de polietileno y cloruro de polivinilo son particularmente adecuados.

Adicionalmente a estas ventajas en la preparación de material de fijación el sistema de endurecido rápido de mortero de la invención es ventajoso en otras aplicaciones en las  
10 que se requiere un mortero de fraguado rápido de preparado fácil. Así el sistema puede ser usado en la preparación de muros de mortero a partir de composiciones de lechada húmeda inhibidas permanentemente. También en condiciones de emergencia que envuelvan el escape de gases o líquidos tóxicos o inflamables, tal como ocurre en pozos de petróleo y de gas natural y en minas de hulla, el sistema puede ser usado para proporcionar una barrera que prevenga el derrame o la propagación de  
15 llamas, o para prevenir que el aire alcance la sustancia potencialmente peligrosa.

La invención se ilustra a continuación por medio de los ejemplos siguientes en los que todas las partes y porcentajes son en peso.

En estos ejemplos el semihidrato de sulfato de calcio era yeso alfa y yeso beta suministrado por British Gypsum Limited como Cristocal y Herculita (marcas registradas) respectivamente. El 98 % de las partículas de yeso tenían entre 0,5  
25 y 1,5  $\mu$ .

La arcilla de china tenía un tamaño de partícula que  
30 era 25 %  $< 2 \mu$ , 66 % 2-10  $\mu$  y 9 %  $> 10 \mu$ .

El espesante era hidroxipropil metil celulosa que tenia un peso molecular de 156.000, un grado de sustitución de 1,5 para metilo y 0,35 para hidroxipropilo y la viscosidad de una solución acuosa al 2 % era de 4.500 cps a 20°C.

5 La elección del espesante no era crítica en modo alguno, y se obtienen resultados similares usando metil celulosa, hidroxietil celulosa, metil hidroxietil celulosa, metil etil celulosa, hidroxipropil metil celulosa, goma guar y goma guar oxidada con viscosidades y pesos moleculares muy diversos.

10 El anti espuma silicona era una dispersión al 30 % peso/peso de polidimetilsiloxano, peso molecular 25.000-30.000 en agua.

#### EJEMPLO 1

##### Preparación de lechada de mortero

15 Se disolvieron 90 g de hidroxipropil metil celulosa en 8,73 Kg de agua (agua aforada) y 1,0 g de silicona antiespuma y 180 g de una solución acuosa al 40 % peso/peso de una sal de sodio de un copolímero de ácido acrílico y metil acrilato que contiene 50 moles % de acrilato de metilo y que tiene  
20 un peso molecular de 3.000 a 5.000 se agregaron y dispersaron completamente en la solución en un mezclador de pasta con una cuchilla agitadora vertical rotativa. Se agregaron 23,1 Kg de yeso alfa a la solución aforada así preparada en tres porciones aproximadamente iguales y la lechada resultante se mezcló  
25 durante 5 minutos aproximadamente hasta que fue uniforme. Se evitó un exceso de mezclado ya que esto provoca una entrada de aire indeseable. La densidad masiva de la lechada era de 1,79 g/cc y la viscosidad medida por un viscosímetro Brookfield RTV era

<u>Velocidad de amasado (RPM)</u>	<u>Huso No.</u>	<u>Viscosidad (cps)</u>
0,5	6	250.000
100	6	7.700

5 Preparación de la lechada de promotor

Se disolvieron 50 g de hidroxipropil metil celulosa en 5,0 Kg de agua y 200 g de la solución al 40 % peso/peso del copolímero acrílico, como la usada en la preparación de la lechada de mortero, se mezclaron en la solución en un mezclador de masa con una cuchilla agitadora rotativa vertical. Se agregaron 5,0 Kg de arcilla de china en tres porciones aproximadamente iguales y se mezcló hasta que la lechada era uniforme. Se agregaron 2 Kg de sulfato de aluminio hidratado  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 14H_2O$  en forma de polvo y se mezcló continuamente hasta que se produjo una pasta uniforme. La temperatura de la lechada aumentó hasta un máximo de  $38^{\circ}C$  debido a la reacción de la sal inorgánica con el polímero acrílico.

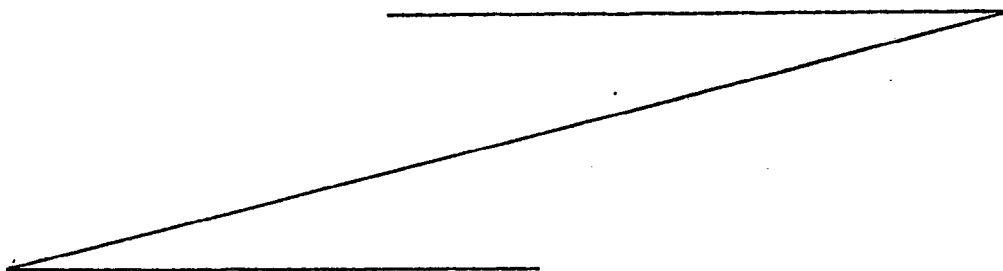
La viscosidad de la lechada del promotor a  $20^{\circ}C$  medida por un viscosímetro Brookfiel RTV era

20

<u>Velocidad de amasado (RPM)</u>	<u>Huso No.</u>	<u>Viscosidad (cps)</u>
0,5	6	700.000
100	7	6.400

Muestras de la lechada de mortero se mezclaron con diferentes cantidades de la lechada del promotor y los tiempos de fraguado fueron como se muestra en la Tabla 1.

25



T A B L A 1

Partes de lechada de promotor/100 partes de lechada de mortero	2,5	5,0	10,0	15,0	20,0	40,0
Tiempo de fraguado (en minutos)	75,0	4,25	4,25	4,0	4,0	3,5

La fuerza de tracción, medida como la carga de rotura de una columna de ensayo entallada en forma de campana muda que tiene una sección recta con  $6,3 \text{ cm}^2$  de área fabricada con la lechada de mortero que contiene 10 partes de lechada de promotor /100 partes de lechada de mortero fué de 1.550 Kilo-newtons/metro<sup>2</sup>.

La fuerza de fijación, medida por tracción de un pasador de ensayo de acero estriado de 25 mm de diámetro en un agujero de 35 mm x 150 mm en concreto de cemento porland madurado (fuerza de compresión 27.500 Kilo-newtons/metro<sup>2</sup>), con la lechada que contiene 10 partes de lechada de promotor/100 partes de lechada de mortero era de 3,2 Kilo-newtons/cm a las 24 horas después del fraguado, que es aproximadamente la misma fuerza obtenida por mortero no retardado.

EJEMPLO 2

Se preparó una lechada de mortero por el procedimiento descrito en el ejemplo 1 (usando la solución aforada) pero en este ejemplo se agregaron 18,0 Kg de yeso alfa a la solución aforada en dos porciones aproximadamente iguales seguido por 5,1 Kg de ceniza de fuel y la lechada se mezcló hasta que fué uniforme. La densidad másica de la lechada era de 1,01 g/cc y la viscosidad medida por un viscosímetro Brookfield RTV era

<u>Velocidad de amasado (RPM)</u>	<u>Huso No.</u>	<u>Viscosidad (cps)</u>
0,5	6	650.000
100	7	12.000

La ceniza fuel era un aluminio silicato con el análisis siguiente:

5

Sílice (como SiO <sub>2</sub> )	55	- 60	%
Alúmina (como Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	25	- 30	%
Hierro (como Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	4	- 10	%
Ca (como CaO)	0,2	- 0,6	%
Mg (como MgO)	1	- 2	%
Alcalis (como Na <sub>2</sub> O, K <sub>2</sub> O)	0,5	- 4	%

10

El tamaño de partícula era de 10-250 micras, aproximadamente 5 % eran inferiores a 50 micras y 20 % superiores a 125 micras.

15

Se mezclaron 100 partes de esta lechada de mortero con 10 partes de la lechada del promotor preparada como en el ejemplo 1 y se dejó endurecer. El tiempo de fraguado fue de 4,5 minutos. La fuerza de tracción y fuerza de anclaje de los morteros medidas como se ha descrito en el ejemplo 1, eran de 950 Kilo-newtons/metro<sup>2</sup> y 1,8 Kilo-newtons/cm respectivamente 24 horas después del fraguado.

20

### EJEMPLO 3

25

Se bombearon 10 partes de la lechada de mortero y 1 parte de la lechada de promotor preparadas como en el ejemplo 1 simultaneamente en un agujero de 1,8 metros x 42 cm de diámetro inclinado ascendente aproximadamente a 45° de la horizontal en una superficie de hulla subterránea, usando una bomba de doble medidor de alimentación. Después de que las lechadas han llenado casi por completo el agujero, las líneas de alimentación se retiran y se inserta un gorrón de madera de 1,8 metros x 30 cm de diámetro en el agujero y se hizo gi-

30

rar en el agujero a 120 rpm aproximadamente durante 1 minuto. El gorrón de madera se aseguró firmemente en el agujero tras aproximadamente otros 2 minutos.

EJEMPLO 4

5                   La composición de promotor se preparó como en el ejemplo 1 y se extruyó en una película tubular de tereftalato de polietileno de 20 mm de diámetro y 0,037 mm de espesor en una cantidad de 150 g/metro de longitud.

10                   El tubo conteniendo el promotor se colocó junto a un segundo recipiente tubular hecho a partir de tereftalato de polietileno de 40 mm de diámetro y 0,025 mm de espesor de pared y este otro recipiente se relleno con lechada de mortero preparada como en el ejemplo 1 por extrusión. La longitud continua del recipiente tubular relleno se dividió en porciones de 33 cm que fueron rizadas y selladas en ambos extremos para encapsular el mortero y el promotor. Cada cápsula contenía aproximadamente 570 g de lechada de mortero y 50 g de lechada de promotor.

15                   Estas cápsulas se almacenaron entre 20°C y 30°C durante 12 semanas sin que apareciese ningún signo de fraguado y solamente una traza de separación de agua.

20                   Las viscosidades de las lechadas del mortero y del promotor tras 12 semanas eran:

	<u>Lechada de mortero</u>	<u>Lechada de promotor</u>
25   0,5 RPM(huso 6)	1.100.000	950.000
100 RPM(huso 7)	36.000	11.200

Aun cuando se presentó algo de espesado en el mortero y en el promotor, ambos permanecieron en condiciones operables.

30                   Cuatro cápsulas como las producidas en este ejemplo

se colocaron en un agujero de 1,8 metros x 42 mm de diámetro inclinado ascendentemente aproximadamente a 45° de la horizontal en una cara de hulla subterránea.

5 Se hizo girar un gorrón de madera de 1,8 metros x 30 mm a 120 rpm aproximadamente mientras que era empujado al dorso del agujero. La operación requirió aproximadamente 45 segundos, y el gorrón se hizo girar durante otros 15 segundos. Tras aproximadamente 3 minutos el gorrón estaba solidamente fijado en el agujero.

10 EJEMPLO 5

Se fabricó una lechada de mortero usando los mismos ingredientes y proporciones que en el ejemplo 1 excepto que se usó yeso beta en lugar de yeso alfa. Aun cuando la viscosidad inicial no era muy diferente de la del material del ejemplo 1, 15 la lechada de mortero espesó considerablemente tras 12 semanas de almacenaje y no fué posible medir su viscosidad.

La fuerza de tracción y de fijación de 100 partes de la lechada de mortero fresca reaccionada con 10 partes de la lechada del promotor como la usada en el ejemplo 1 fué de 20 1.400 Kilo-newtons/metro<sup>2</sup> y 2,4 Kilo-newtons/cm de ligazón lineal respectivamente.

EJEMPLO 6

25 Se prepararon diferentes lechadas de promotores como se ha descrito en el ejemplo 1 variando la sal inorgánica y su concentración y se mezclaron con lechada de mortero como la preparada en el ejemplo 1. El efecto en el tiempo de fraguado del tipo de la sal inorgánica, la concentración de la sal y la cantidad de la lechada de promotor usada se muestra en la tabla 2.

T A B L A 2

	5						10					
	2,5	5,0	10,0	15,0	20,0	40,0	2,5	5,0	10,0	15,0	20,0	40,0
Partes de sal inorgánica/100 partes de agua en la lechada de promotor												
Partes de lechada de promotor mezcladas con 100 partes de lechada de mortero												
<u>Sal inorgánica promotora</u>												
Fe Cl <sub>3</sub>	NS	60,0	3,0	2,33	2,25	2,25	60,0	5,5	5,0	5,0	5,5	4,0
CuSO <sub>4</sub> ·5H <sub>2</sub> O	NS	NS	60,0	6,0	4,5	4,33	NS	7,25	6,0	4,75	4,33	4,0
Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> ·14H <sub>2</sub> O	NS	NS	180,0	10,0	9,0	5,25	NS	NS	8,0	6,25	4,75	4,5
Partes de sal inorgánica/100 partes de agua en la lechada de promotor												
Partes de lechada de promotor mezcladas con 100 partes de lechada de mortero												
<u>Sal inorgánica promotora</u>												
Fe Cl <sub>3</sub>	6,0	5,0	4,0	3,5	3,5	4,0	60,0	5,5	4,0	4,0	4,5	4,5
CuSO <sub>4</sub> ·5H <sub>2</sub> O	-	5,5	3,5	3,25	3,25	3,0	-	6,5	3,5	2,75	2,5	2,75
Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> ·14H <sub>2</sub> O	NS	9,5	5,5	4,5	4,5	4,0	NS	NS	6,5	4,0	4,25	4,25

NS = No Fragua

T A B L A 2

Partes de sal inorgánica/100 partes de agua en la lechada de promotor	5						
Partes de lechada de promotor mezcladas con 100 partes de lechada de mortero	2,5	5,0	10,0	15,0	20,0	40,0	2,5
<u>Sal inorgánica promotora</u>							
Fe Cl <sub>3</sub>	NS	60,0	3,0	2,33	2,25	2,25	60,0
CuSO <sub>4</sub> ·5H <sub>2</sub> O	NS	NS	60,0	6,0	4,5	4,33	NS
Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> ·14H <sub>2</sub> O	NS	NS	180,0	10,0	8,0	5,25	NS
Partes de sal inorgánica/100 partes de agua en la lechada de promotor	15						
Partes de lechada de promotor mezcladas con 100 partes de lechada de mortero	2,5	5,0	10,0	15,0	20,0	40,0	1,0
<u>Sal inorgánica promotora</u>							
Fe Cl <sub>3</sub>	6,0	5,0	4,0	3,5	3,5	4,0	60,0
CuSO <sub>4</sub> ·5H <sub>2</sub> O	-	5,5	3,5	3,25	3,25	3,0	-
Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> ·14H <sub>2</sub> O	NS	9,5	5,5	4,5	4,5	4,0	NS

NS = No Fragua

	10					
,0	2,5	5,0	10,0	15,0	20,0	40,0
,25	60,0	5,5	5,0	5,0	5,5	4,0
,33	NS	7,25	6,0	4,75	4,33	4,0
,25	NS	NS	8,0	6,25	4,75	4,5
	20					
,0	1,0	2,5	5,0	10,0	15,0	20,0
,0	60,0	5,5	4,0	4,0	4,5	4,5
,0	-	6,5	3,5	2,75	2,5	2,75
.0	NS	NS	6,5	4,0	4,25	4,25

EJEMPLO 7

Preparación de lechada de promotor

Se disolvieron 50 g de hidroxipropil metil celulosa en 5 Kg de agua y se disolvieron 500 g de cloruro férrico en la solución en un amasador. Se mezclaron 7,5 Kg de arcilla de Chi  
 5 na en la solución con agitación hasta que se obtuvo una lechada uniforme. La viscosidad de la lechada de promotor a 20°C medida por el viscosímetro modelo Brookfield RTV era:

<u>Velocidad de amasado (RPM)</u>	<u>Huso No.</u>	<u>Viscosidad (cps)</u>
0,5	6	410.000
100	7	12.000

Muestras de la lechada de promotor se mezclaron con lechada de mortero preparada como en el ejemplo 1 y la variación del tiempo de fraguado del mortero con cantidades variables de lechada de promotor fué como se muestra en la Tabla 3:  
 15

T A B L A 3

Partes de lechada de promotor/100 partes de lechada de mortero	5,0	10,0	20,0	40,0	80,0	120,0
Tiempo de fraguado (en minutos)	10,0	10,25	12,25	15,25	17,0	24,0

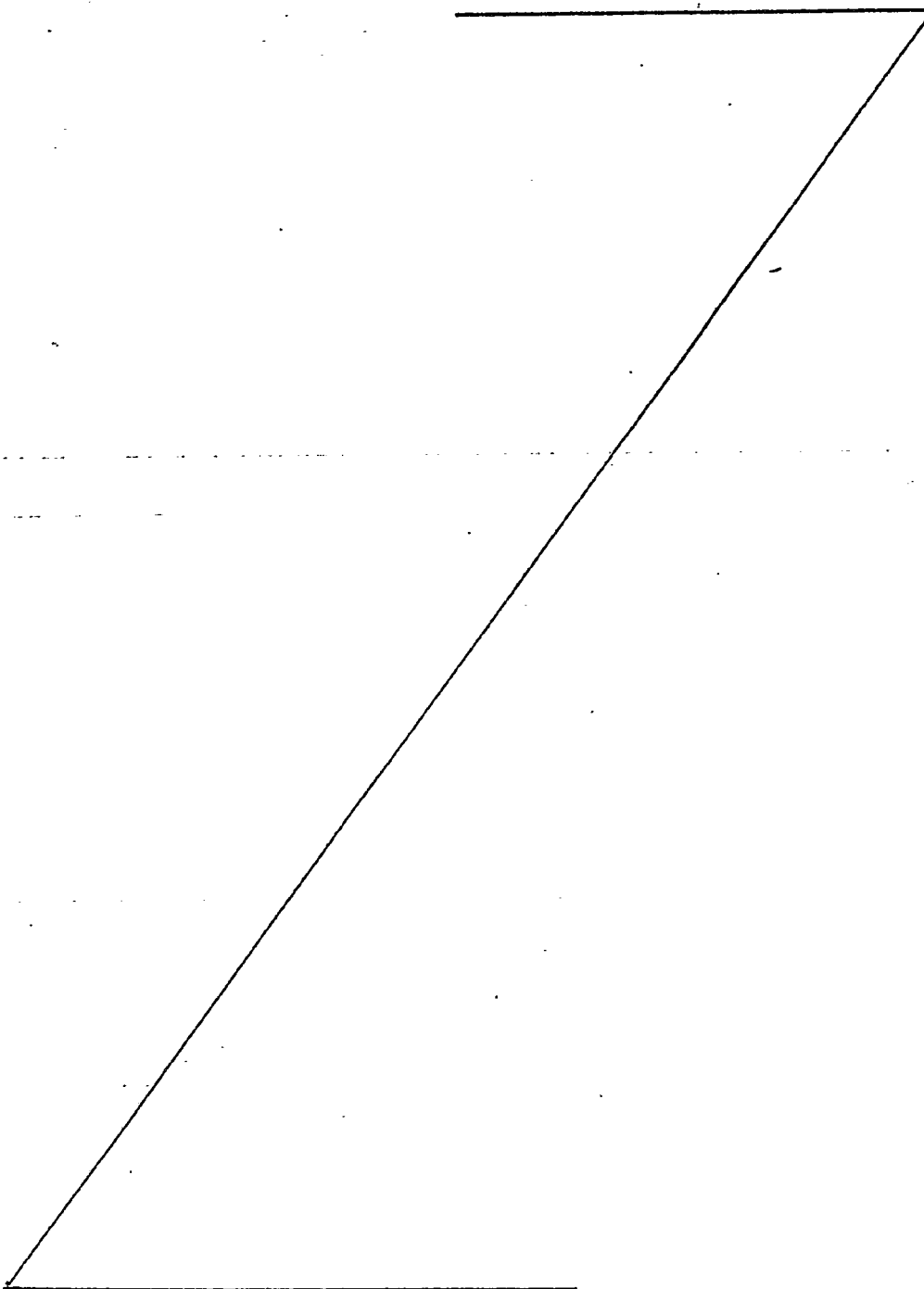
La fuerza de tracción y de anclaje del mortero preparado a partir de 100 partes de la lechada y 5 partes de la lechada de promotor medida como se ha descrito en el ejemplo 1,  
 25 fueron de 1.750 Kilo-newtons/metro<sup>2</sup> y 4 Kilo-newtons/cm respectivamente.

EJEMPLO 8

Se prepararon diferentes lechadas de promotor como se ha descrito en el ejemplo 7 variando la sal inorgánica y su  
 30

concentración y la lechada de promotor se mezcló con lechada de mortero como la preparada en el ejemplo 1. La variación del tiempo de fraguado con el tipo de sal inorgánica, la concentración de la sal y la cantidad de lechada de promotor usada se muestra en la Tabla 4.

5



T A B L A 4

Partes de sal inorgánica/100 partes de agua en la lechada de promotor	5			10						15				
	5,0	10,0	20,0	40,0	2,0	5,0	10,0	20,0	40,0	2	5	10	20	40
Partes de lechada de promotor mezcladas con 100 partes de lechada de mortero	26,0	8,0	10,0	10,5	-	10,0	10,25	12,5	15,25	11,25	10,5	10,0	11,5	12,0
Sal inorgánica promotora	Tiempo de fraguado (en minutos)													
Fe Cl <sub>3</sub>	NS	ON	10,0	14,0	-	11,5	9,5	10,5	10,5	12,0	11,25	10,25	11,33	12,25
Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	-	-	-	-	ON	11,0	7,0	5,5	6,5	ON	18,0	7,5	6,25	5,0
Cu SO <sub>4</sub> ·5H <sub>2</sub> O	-	-	-	-	NS	200	100	10,5	9,0	-	-	-	-	-
Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> ·14H <sub>2</sub> O	-	-	-	-	NS	NS	15,0	13,0	13,0	-	-	-	-	-
AlCl <sub>3</sub> ·6H <sub>2</sub> O	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

NS = No fragua      ON = fragua después de una noche

T A B L A 4

Partes de sal inorgánica/100 partes de agua en la lechada de promotor	5				
Partes de lechada de promotor mezcladas con 100 partes de lechada de mortero	5,0	10,0	20,0	40,0	2,0
<u>Sal inorgánica promotora</u>	<u>Tiempo de fraguado(en minutos)</u>				
Fe Cl <sub>3</sub>	26,0	8,0	10,0	10,5	-
Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	NS	ON	10,0	14,0	-
Cu SO <sub>4</sub> .5H <sub>2</sub> O	-	-	-	-	ON
Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> .14H <sub>2</sub> O	-	-	-	-	NS
AlCl <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O	-	-	-	-	NS

NS = No fragua

ON = fragua después de una noche

10					15				
2,0	5,0	10,0	20,0	40,0	2	5	10	20	40
	10,0	10,25	12,5	15,25	11,25	10,5	10,0	11,5	12,0
-	11,5	9,5	10,5	10,5	12,0	11,25	10,25	11,33	12,25
ON	11,0	7,0	5,5	6,5	ON	18,0	7,5	6,25	5,0
NS	200	100	10,5	9,0	-	-	-	-	-
NS	NS	15,0	13,0	13,0	-	-	-	-	-

EJEMPLO 9

Se prepararon diferentes lechadas de mortero usando diferentes grados de ácidos poliacrílicos y sus sales como se ha descrito en el ejemplo 1 en orden a ensayar su eficacia como retardadores para morteros de yeso alfa y beta.

Se almacenaron muestras en tarros cerrados a 50°C durante 1 semana y se examinaron los signos de solidificación. La condición de las muestras está dada en la tabla 5.

Tras almacenamiento las muestras se mezclaron con lechada de promotor como se ha descrito en el ejemplo 1 y todos los morteros fraguan de una forma satisfactoria.

T A B L A 5

Muestra	Tipo de ácido poliacrílico	Peso Molecular	Tipo de mortero	Condiciones tras una semana a 50°C
A	PAA	3.500	Yeso- $\alpha$	Sin espesado o gelación
B	PAA	3.500	Yeso- $\beta$	Algo de espesado, sin gelación
C	PAA	27.000	Yeso- $\alpha$	Sin espesado o gelación
D	PAA	76.000	Yeso- $\alpha$	Algo de gelación
E	PAA	$5,1 \times 10^6$	Yeso- $\alpha$	Gelación
F	Sal sódica PAA	4.000	Yeso- $\alpha$	Sin espesado o gelación
G	Sal sódica PAA	4.000	Yeso- $\beta$	Espesado pero sin gelación
H	Sal amónica PAA	4.000	Yeso- $\alpha$	Sin espesado o gelación
J	Sal amónica PAA	4.000	Yeso- $\beta$	Espesado pero sin gelación
K	Sal sódica AA/MA copolímero (50 moles% AA)	4.000	Yeso- $\alpha$	Sin gelación
L	Sal sódica AA/MA copolímero (50 moles% AA)	4.000	Yeso- $\beta$	Espesado pero sin gelación

PAA = Acido poliacrílico; AA = Acido acrílico;

MA = Acrilato de metilo.

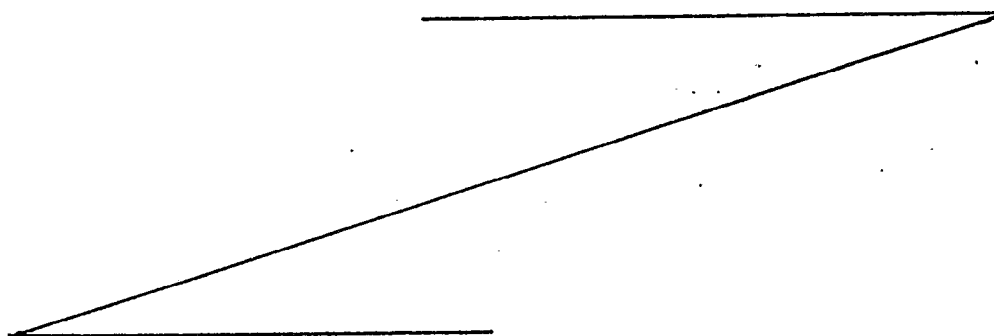
EJEMPLO 10

5 Este ejemplo ilustra el uso de una composición de esta invención para rellenar grietas verticales.

Una lechada de mortero como la preparada en el ejemplo 1 se mezcló a mano agitando en una taza de papel desechable, con aproximadamente 10 % de su peso de una lechada de promotor como la preparada en el ejemplo 6. El color del cloruro férrico en la lechada de promotor se usó como indicador visual para la dispersión de la lechada de promotor en la lechada de mortero. Se obtuvo una mezcla tixotrópica que tenía un color marrón uniforme en aproximadamente 1 minuto de mezclado. La mezcla se allanó en una grieta de 23 cm x 4 cm x 2,5 cm de profundidad en una pared de piedra arenisca vertical, y se aplicó de forma que quedase liso. La lechada fraguó sólidamente tras 8 minutos aproximadamente y se pintó superficialmente para que quedase del color de la pared de piedra arenisca inmediatamente después.

20 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

25



REIVINDICACIONES

5 1ª.- Procedimiento para preparar un mortero de sulfato de calcio semihidratado endurecido, caracterizado porque se forma una lechada inhibida que contiene semihidrato de sulfato de calcio, agua y un inhibidor de fraguado y se mezcla con un promotor reaccionable con dicho agente de inhibición con dicha lechada con lo que el efecto contra el fraguado del agente inhibidor es neutralizado y se induce el fraguado de la composición.

10 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el semihidrato de sulfato de calcio es aforado con agua, que contiene en solución, como dicho agente inhibidor de fraguado, un polímero o copolímero de un ácido monocarboxílico que tiene la fórmula  $R^1HC=CR^2-COOH$  en la que  $R^1$  y  $R^2$  pueden ser iguales o diferentes y representan hidrógeno o metilo, o una sal soluble en agua de dicho polímero o copolímero y el promotor comprende al menos una sal de hierro, cobre o de aluminio.

20 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el agente inhibidor de fraguado comprende un copolímero de ácido acrílico o de ácido metacrílico y un acrilato de alquilo de ácido acrílico o ácido metacrílico que contiene de 5 a 60 moles % de éster en el que el grupo alquilo contiene de 1 a 8 átomos de carbono o una sal soluble en agua de dicho copolímero.

25 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el acrilato de alquilo es acrilato de metilo.

30 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, caracterizado porque el agente inhibidor de fraguado comprende ácido acrílico polimerizado en forma de sal de

*pey*

metal alcalino o de amonio.

5 6ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, caracterizado porque el agente inhibidor de fraguado tiene un peso molecular comprendido entre 2.000 y 75.000.

7ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 6, caracterizado porque el agente inhibidor de fraguado comprende más de 0,1 partes por cada 100 partes de semihidrato de sulfato de calcio.

10 8ª.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la cantidad de agente inhibidor de fraguado en la lechada de mortero está comprendida entre 0,4 y 1,0 % en peso.

15 9ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 8, caracterizado porque el promotor comprende una sal férrica o cúprica.


10ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 9, caracterizado porque el promotor comprende un nitrato, sulfato o cloruro de hierro, cobre o aluminio.

20 11ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 10, caracterizado porque la cantidad de promotor está comprendida entre 0,5 y 3 partes en peso de sal activa por cada 100 partes de lechada de mortero.

25 12ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 11, caracterizado porque el promotor se emplea como solución acuosa de 1 a 25 % peso/peso.

13ª.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque el promotor se emplea como solución acuosa de 5 a 20 % peso/peso.

30 14ª.- Procedimiento según la reivindicación 12 ó 13,



caracterizado porque la solución acuosa comprende espesantes y/o rellenos.

5 15ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14, caracterizado porque el promotor está parcialmente reaccionado con el agente inhibidor de fraguado como se ha indicado en la reivindicación 2, opcionalmente en forma de ácido o de sal, antes de mezclarse con la composición de lechada inhibida.

10 16ª.- Procedimiento según la reivindicación 15, caracterizado porque el promotor está reaccionado con 2 a 10 partes en peso del agente inhibidor de fraguado especificado por cada 100 partes en peso de la sal promotor.


15 17ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, caracterizado porque el semihidrato de sulfato de calcio comprende yeso alfa y yeso beta.

20 18ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado porque la composición de lechada inhibida y el promotor se mezclan dentro del taladro en una masa rocosa para proporcionar un material de relleno endurecido en el taladro.

25 19ª.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque la lechada de mortero con fraguado inhibido y el promotor se suministran en componentes separados de un sistema de relleno de dos componentes.

25 20ª.- Procedimiento según la reivindicación 19, caracterizado porque ambos componentes se inyectan simultáneamente en el taladro.

30 21ª.- Procedimiento según la reivindicación 19, caracterizado porque los componentes separados se encapsulan en contenedores quebrables que se rompen y cuyo contenido se mez-



clá por un vástago insertado en el taladro.

22ª.- Procedimiento para preparar un mortero de sulfato de calcio semihidratado endurecido, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5

Esta Memoria consta de 26 hojas, escritas a máquina, por una sola cara.

Madrid 30 NOV. 1977

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. W. GILBERT & COY PUNDO  
p. p. Firmado: J. Suarez Diaz

