

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

10	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	473.348		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			14-Septiembre-1978		

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO			
		834.539	19-9-77		E.U.A.

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

54	TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION QUE ES UTIL COMO ADITIVO DE EXPANSION PARA COMPOSICIONES DE CEMENTO HIDRATABLES"	

71	SOLICITANTE (ES)
RAYCHEM CORPORATION (Docket No. 145/228, U.S.S.N. 834.539)	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
300 Constitution Drive, Menlo Park, California 94025, Estados Unidos de América

72	INVENTOR (ES)
Wendell W. Moyer, Jr. y Robert Smith-Johannsen	

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-69.927)	

La presente invención se refiere a composiciones de cemento expansivas.

Las composiciones que contienen cementos hidratable (generalmente cemento Portland) tienden a encoger al secar. Es conocido el contrarrestar esta indeseable tendencia incluyendo en la composición un aditivo de expansión que se expande en la etapa correcta durante el secado de la composición (véase, por ejemplo, Gen.Civ. 109, 285 (1936, H.Lossier), U.C.SESM Informe nº 72-13 (1973, G.Komendant y otros), Plan.Bau 2, 351 (1951, H.Bick
5
10
15
20
25
30
kenbach), Concrete Technology and Practice (Tecnología y práctica del hormigón), 3ª ed., 359 (1969, W.H.Taylor), y las patentes de los EE.UU. nº 3.519.449, 3.649.317, 3.801.339, 3.883.361, 3.884.710, 3.947.288 y 4.002.483). En muchos de los aditivos de expansión conocidos, el ingrediente activo es cal (CaO) libre, también conocida como cal viva, que se expande en aproximadamente 100% en volumen cuando se hidrata, estando presentes los otros ingredientes para evitar que tenga lugar la hidratación hasta la etapa deseada en el secado de la composición de cemento. La cal libre es uno de los ingredientes del cemento Portland, pero un exceso de la misma se considera normalmente como indeseable, y se evita la adición de cal libre a las composiciones de cemento. La cal libre no sirve como aditivo de expansión porque se hidrata muy rápidamente, y por tanto, en el procedimiento de fraguado, se expande demasiado pronto para que sea eficaz. También es conocido (véanse, por ejemplo, la patente de los EE.UU. nº 3.106.453 y la patente alemana nº 1.216.753) el someter la cal libre a ciertos tratamientos específicos con

agua y/o CO_2 , para producir una cal que se hidrata a menor velocidad, pero los productos obtenidos son ineficaces como aditivos de expansión. Análogamente, los productos obtenidos exponiendo cal a la atmósfera, los cuales
5 productos contienen $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y CaCO_3 , son ineficaces como aditivos de expansión. También se ha propuesto en la patente de los EE.UU. nº 1.732.409 preparar productos de cal de fraguado rápido, que contienen una proporción grande de cal, estando al menos algo de la cal en forma de un
10 producto obtenido calentando cal finamente dividida en una atmósfera que contiene CO_2 , a una temperatura de 500 a 850°C, hasta que el aumento de peso es 3 a 40%, basado en el peso del material de partida.

Se ha descubierto ahora que se pueden preparar
15 excelentes aditivos de expansión, para composiciones de cemento, calentando partículas que comprenden CaO en presencia de vapor de agua y/o CO_2 , o simplemente calentando partículas que comprenden CaO y una cantidad suficiente de hidróxido cálcico que se ha formado por absorción de
20 vapor de agua.

En un aspecto, la invención proporciona una composición pulverulenta que es útil como aditivo de expansión para composiciones de cemento hidratables; la cual
25 consiste esencialmente en partículas (a) que tienen un tamaño menor que 250 micras, y (b) que comprenden un núcleo de óxido cálcico y un revestimiento protector, alrededor de dicho núcleo, de hidróxido cálcico o carbonato cálcico o ambos; que contiene 36 a 95% en peso de óxido cálcico; y que presenta un factor de expansión (según se define
30 más adelante) de al menos 0,06%. Tales composiciones se

5 pueden preparar por un procedimiento que comprende calentar partículas (a) que tienen un tamaño menor de 250 micras, y (b) que comprenden al menos 36% en peso de CaO, consistiendo preferiblemente el resto (si lo hay) esencialmente en Ca(OH)_2 y/o CaCO_3 , siendo mantenidas las partículas a una temperatura de al menos 100°C y, si las partículas contienen inicialmente menos de 8% en peso de Ca(OH)_2 , siendo mantenidas las partículas a una temperatura de 100 a 400°C en una atmósfera que comprende vapor de agua, o a una temperatura de 350 a 850°C en una atmósfera que comprende dióxido de carbono, efectuándose dicho calentamiento bajo condiciones tales que el producto contenga 36 a 95% en peso de CaO y presente un factor de expansión (según se define más adelante) de al menos 0,06%.

15 También incluye la invención el uso de tales composiciones que contienen cal como aditivos de expansión en composiciones de cemento hidratables, en particular composiciones de cemento que comprenden un cemento Portland, agua y una composición que contiene cal, según se ha definido antes, en cantidad menor de 30%, basado en el peso combinado del cemento y de la composición que contiene cal. La invención comprende además un método para hacer un artículo con forma, que comprende usar por colada una composición de cemento según se ha definido antes.

25 Salvo cuando se indique otra cosa, las partes y los tantos por ciento en esta memoria descriptiva son en peso. El factor de expansión de una composición que contiene cal se define aquí como el % de aumento de longitud de un prisma de ensayo (barra de ensayo) que se ha curado en agua durante 7 días tras la colada, según ASTM

30

C490-70 y C157-69T, hecho de un mortero preparado según ASTM C305-65 y que contiene 0,1 partes de la composición que contiene cal, 0,9 partes de cemento Portland tipo III, 2 partes de arena lavada nº 20 y 0,4 partes de agua. El factor de expansión de las cales tratadas de la invención es al menos 0,06%, generalmente 0,07 a 2,5%, preferiblemente 0,07 a 0,4%. El factor de expansión es una medida de la eficacia del revestimiento protector para retrasar el acceso del agua al núcleo de óxido cálcico, y entre otras cosas también del contenido de óxido cálcico en la composición.

Cuando mayor es el tamaño de partícula de la cal tratada, mayor es su contenido de cal para un espesor dado del revestimiento protector. Por esta razón, el tamaño de partícula es generalmente al menos 1 micra. Por otra parte, si se usan partículas de tamaño mayor que 250 micras, causan una reducción indeseable de la resistencia. Los tamaños de partícula mayores hacen también más difícil la obtención de una distribución uniforme de la cal tratada en una composición de cemento. Las cales tratadas tienen preferiblemente un tamaño de partícula de 1 a 100 micras, especialmente 5 a 60 micras.

Los materiales de partida usados en la presente invención comprenden al menos 36% de CaO, consistiendo preferiblemente el resto esencialmente en $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y/o CaCO_3 . El término "consistiendo esencialmente en" se usa para indicar que el material de partida puede contener cantidades secundarias, generalmente menores de 10%, de otros ingredientes que no impidan la formación de un revestimiento protector eficaz, p.ej. impurezas tales como

silicatos y óxidos de hierro, magnesio y aluminio. Cuando la cal tratada se prepara por calentamiento del material de partida en presencia de vapor de agua y/o dióxido de carbono, el material de partida contiene preferiblemente al menos 80%, especialmente al menos 90%, de CaO. Así, las cales dolomíticas, que contienen menores cantidades de CaO, no son materiales de partida preferidos.

Cuando la atmósfera comprende vapor de agua, pero nada de dióxido de carbono, la temperatura debe ser 100 a 400°C, preferiblemente 150 a 400°C, especialmente 150 a 250°C. Para un contenido residual de CaO dado, cuanto mayor sea la temperatura del tratamiento mayor será la actividad de expansión del producto. A temperaturas por debajo de 100°C la cal resulta hidratada, pero no se forma revestimiento protector eficaz. A temperaturas por encima de 400°C no se forma hidróxido cálcico, o si está inicialmente presente se descompone, al menos parcialmente. Para asegurar un revestimiento protector adecuado, el calentamiento en atmósfera que comprende vapor de agua se debe continuar preferiblemente durante un tiempo tal que las partículas aumenten en peso en al menos 2%, p.ej. 2 a 16%, particularmente 4 a 12%, especialmente 5 a 11%, basado en el peso del material de partida. Para un material de partida que consiste esencialmente en CaO, estos aumentos de peso tendrán como resultado un producto que contiene como máximo 92%, p.ej. 92 a 36%, particularmente 84 a 50%, de cal activa residual como núcleo, y un revestimiento protector que consiste esencialmente en hidróxido cálcico.

Cuando la atmósfera comprende dióxido de carbono se necesita una temperatura de 350 a 850°C para conver

tir el CaO en CaCO_3 . A temperaturas por debajo de 350°C la reacción entre CaO y CO_2 es muy lenta, y no se forma revestimiento protector eficaz. A temperaturas por encima de 850°C no se forma CaCO_3 , o si está inicialmente presente se descompone. Para asegurar un revestimiento protector adecuado, el calentamiento en una atmósfera que comprende CO_2 se debe continuar preferiblemente durante un tiempo tal que las partículas aumenten de peso en al menos 2%, p.ej. 2 a 28%, particularmente 4 a 16%, especialmente 5 a 16%, basado en el peso del material de partida. Para un material de partida consistente esencialmente en CaO, estos aumentos de peso tendrán como resultado un producto que contiene como máximo 95%, p.ej. 36 a 95%, particularmente 64 a 91%, especialmente 64 a 89%, de cal activa residual como núcleo, y un revestimiento protector consistente esencialmente en carbonato cálcico.

También se puede formar un revestimiento protector que comprende tanto CaCO_3 como $\text{Ca}(\text{OH})_2$ calentando el material de partida en una atmósfera que comprende CO_2 y agua, preferiblemente a una temperatura de 350 a 400°C . Bajo tales condiciones, el calentamiento se debe continuar preferiblemente durante un tiempo tal que las partículas aumenten de peso en 4 a 14%, especialmente 5 a 12%, correspondiendo estos aumentos de peso (para un material de partida consistente esencialmente en CaO) a productos finales que contienen 91 a 40%, especialmente 80 a 50%, de cal activa residual.

Como se ha indicado antes, las cales que se han hidratado y/o carbonatado parcialmente a temperaturas por debajo de 100°C no tienen un revestimiento protector efi-

caz sobre ellas, y no son útiles como aditivos de expansión. Se pueden obtener aditivos de expansión útiles a partir de tales cales parcialmente hidratadas y/o carbonatadas usándolas como materiales de partida en los procedimientos antes descritos, lo que implica calentar en una atmósfera que comprende vapor de agua y/o CO_2 , siempre que el producto tenga un contenido residual adecuado de óxido cálcico. Sin embargo, se ha descubierto que las cales parcialmente hidratadas se pueden convertir también en aditivos de expansión útiles, calentándolas a temperaturas de al menos 100°C , preferiblemente menos de 500°C , p.ej. 200 a 400°C , en una atmósfera que no contiene vapor de agua ni dióxido de carbono; en esta realización de la invención, el material de partida puede comprender 8 a 64%, preferiblemente 16 a 50%, de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, consistiendo preferiblemente el resto, esencialmente, en CaO . Para un contenido de CaO dado, cuanto mayor sea la temperatura del tratamiento y más larga su duración, mayor es la actividad de expansión del producto.

Las cales tratadas que ya tienen alguna actividad de expansión se pueden seguir tratando por uno de los procedimientos antes descritos, para hacerlas más activas. Sin embargo, se debe observar que tal tratamiento adicional, especialmente cuando se efectúa en una atmósfera que comprende vapor de agua a temperaturas relativamente bajas, p.ej. menos de 200°C , especialmente menos de 150°C , puede reducir el contenido de CaO residual en la cal tratada en tal magnitud que se reduce la actividad.

Los tratamientos térmicos antes descritos se pueden efectuar de cualquier manera conveniente que no

implique molienda de las partículas, que rompería el revestimiento protector. Para pequeñas cantidades de producto, el material de partida se puede extender simplemente en una bandeja. Para cantidades mayores se pueden usar métodos en lecho fluidizado.

Los nuevos aditivos de expansión se pueden incorporar en composiciones de cemento hidratables de cualquier manera conveniente, pero se ha hallado que la actividad de expansión óptima se obtiene si se añade el aditivo a una mezcla de al menos parte del cemento y al menos parte del agua. Desde luego, las composiciones de cemento pueden contener arena, agregado y otros aditivos usuales, pero preferiblemente se evita la presencia de cal viva, cal hidratada o cal carbonatada adicionales. Los nuevos aditivos presentan una reactividad retardada con agua, medida por el ensayo ASTM C110-71, Sección 9, de hasta 100 minutos, pero esto no explica el hecho de que en composiciones de cemento muestran una reactividad mucho más retardada. Se cree que esta reactividad inesperadamente retardada es debida a alguna forma de interacción entre el revestimiento protector y los componentes presentes en la suspensión de cemento. La cantidad del aditivo usada dependerá, entre otras cosas, de su contenido de CaO y de la resistencia y expansión deseadas en el producto final, y generalmente será de 3 a 30%, preferiblemente 3 a 10%, especialmente 5 a 7%, basado en el peso combinado de cemento hidratable y aditivo. Especialmente cuando las cales tratadas han sido tratadas a fondo, su presencia tiene poco o ningún efecto perjudicial sobre propiedades tan importantes de la composición de cemento como los re-

quisitos de agua, consistencia, tiempo abierto, y tendencia a "falso fraguado".

La invención se ilustra en los ejemplos siguientes. Las actividades de expansión de las diversas muestras preparadas en los Ejemplos 1-7 se muestran en la Tabla 1, que muestra el % de aumento de longitud de prismas de ensayo (es decir, barras de ensayo) que (salvo cuando se indica otra cosa) se curaron en agua tras colada según ASTM C490-70 y C157-69T, hechos de morteros preparados según ASTM C305-65 y que contenían 1 parte de una mezcla de la muestra de cal tratada y un cemento Portland tipo III (Non-cem Rápido), 2 partes de arena de Monterey lavada nº 20, y 0,4 partes de agua. La cantidad de la muestra de cal tratada en el prisma de ensayo, y el número de días de curado, se dan entre paréntesis tras cada cifra de % de expansión. Las muestras con una "C" tras el número de la muestra, en la Tabla 1, son ejemplos comparativos que no son según la invención.

Ejemplo 1

Porciones de CaCO_3 que tenían un tamaño de partícula menor de 44 micras se calentaron en un horno de mufla a 1000°C durante el tiempo necesario para producir muestras que comprendían CaO en cantidad de 100% (muestra 1), 93,6% (muestra 2), 90,2% (muestra 3) ó 72,3% (muestra 4). Porciones de muestra 1 se calentaron en un horno de mufla a 580°C, en atmósfera de CO_2 , hasta que el contenido de CaO fué 94,5% (muestra 5), 89,8% (muestra 6) y 80,5% (muestra 7). Porciones de una cal disponible en el comer-

cio (Flintkote), que tenía un tamaño de partícula menor de 44 micras, se calentaron en un horno de mufla a 580°C, en atmósfera de CO₂, hasta que el contenido de CaO fué 94,8% (muestra 8), 87,5% (muestra 9) o 74,8% (muestra 10).

5

Ejemplo 2

Porciones de una cal disponible en el comercio (Flintkote) que contenía aproximadamente 95% de CaO, siendo el resto Ca(OH)₂ y trazas de CaCO₃, y que tenía un tamaño de partícula menor de 44 micras, se expusieron a vapor de agua a 22°C (muestra 11), 60°C (muestra 12), 100°C (muestra 13), 150°C (muestra 14) o 200°C (muestra 15), hasta que el contenido de CaO se hubo reducido al nivel que se muestra en la Tabla 1.

10

15

Ejemplo 3

Una cal tratada que tenía actividad de expansión, que contenía 60% de CaO, 27% de Ca(OH)₂ y 13% de CaCO₃, y que tenía un tamaño de partícula menor de 100 micras (muestra 16) se expuso a vapor de agua a 22°C (muestra 17), 60°C (muestra 18), 100°C (muestra 19), 150°C (muestra 20) y 200°C (muestra 21), hasta que el contenido de CaO fué 31% (muestra 17) o 40% (muestras 18-21).

20

25

Ejemplo 4

Una cal tratada que tenía actividad de expansión, que contenía 85% de CaO, 5% de Ca(OH)₂ y 10% de CaCO₃, y

30

que tenía un tamaño de partícula menor de 100 micras, se expuso a vapor de agua a 110°C hasta que el contenido de CaO se hubo reducido a 64% (muestra 22). Porciones de la muestra 22 se calentaron a 110°C durante 180 min (muestra 23), a 200°C durante 15 min (muestra 24), a 200°C durante 60 min (muestra 25), a 300°C durante 15 min (muestra 26), a 340°C durante 30 min (muestra 27), a 340°C durante 50 min (muestra 28), a 400°C durante 90 min (muestra 29) y a 455°C durante 15 min (muestra 30). Las muestras 29 y 30 perdieron 2% y 3% en peso, respectivamente, durante el tratamiento térmico, debido a descomposición de hidróxido cálcico. La misma cal tratada se expuso a vapor de agua a 200°C hasta que el contenido de CaO se hubo reducido a 64% (muestra 31). Una cal disponible en el comercio (Diamond Springs), consistente esencialmente en CaO y que tenía un tamaño de partícula menor de 100 micras, se expuso a vapor de agua a 25°C hasta que el contenido de CaO fué 64% (muestra 32). Una porción de la muestra 32 se calentó a 340°C durante 60 minutos (muestra 33). Otra muestra de la misma cal disponible en el comercio se expuso a vapor de agua a 200°C, hasta que el contenido de CaO se hubo reducido a 58% (muestra 34).

Ejemplo 5

Porciones de una cal disponible en el comercio (Flintkote), según se usó en el Ejemplo 2, se expusieron a vapor de agua a 260°C hasta que el contenido de CaO fué 85% (muestra 35) o 58% (muestra 36). Con estas muestras se prepararon morteros según se ha descrito antes, excepto

en que se usó un cemento tipo 1-2 (Kaiser Permanente), y la cantidad de agua fué 0,26 partes. También se preparó un mortero testigo que no contenía cal añadida. Los prismas formados por colada con estos morteros se curaron tanto en agua como en aire a humedad relativa del 50%.

Ejemplo 6

Una cal tratada que tenía actividad de expansión, que contenía 84,5% de CaO, 6,2% de Ca(OH)₂ y 9,3% de CaCO₃, y que tenía un tamaño de partícula menor de 100 micras, se usó para preparar morteros que contenían 0,9 partes de un cemento 1-2 (Kaiser Permanente), 0,1 partes de la cal tratada, 2 partes de arena de Monterey lavada nº 20, y 0,36 partes de agua. Los morteros se prepararon por tres métodos diferentes.

Método 1 (ASTM C305-65) - A. La cal tratada y el cemento se mezclaron en seco. B. Se añadió el agua y se mezcló a velocidad lenta durante 30 segundos. C. Se añadió la arena y se continuó la mezcla a velocidad lenta durante otros 30 segundos. D. Se aumentó a velocidad media el mezclador durante 30 segundos. E. Pausa durante 90 segundos. F. Mezcla a velocidad media durante 1 min.

Método 2 - A. Mezcla de cemento y agua durante 30 segundos. B. Adición de cal tratada y mezcla durante 30 segundos. C-F. Igual que en el método 1.

Método 3 - A. La cal tratada y agua se mezclaron durante 30 segundos, y luego se añadió el cemento y se mezcló durante 30 segundos. D-F. Igual que en el método 1.

Los % de expansión de prismas obtenidos por co-

lada a partir de estos morteros se muestran en la Tabla 1 como muestras 37, 38 y 39 (métodos 1, 2 y 3 respectivamente).

5

Ejemplo 7

10

Una cal disponible en el comercio (Flintkote) se fraccionó en una primera fracción en la que las partículas tenían 45 a 425 micras de tamaño, y una segunda fracción en la que las partículas tenían menos de 45 micras de tamaño. Ambas fracciones se calentaron a 950°C durante 1 hora, y luego se trataron con vapor de agua a 200°C hasta que el contenido de CaO fué 69,5% (primera fracción, muestra 40) o 73% (segunda fracción, muestra 41).

TABLA 1

Ej. nº	Muestra nº	% CaO	Expansión (partes de muestra en el mortero, días)	
1	1(G)	100	0,042 (0,1,7)	
	2(G)	93,6	0,031 (")	
	3(G)	90,2	0,031 (")	
	4(G)	72,3	0,029 (")	
	5	94,5	0,234 (")	
	6	89,8	0,188 (")	
	7	80,5	2,3 (")	
	8	94,8	0,077 (")	
	9	87,5	0,150 (")	
	10	74,8	0,757 (")	
	2	11(G)	49	0,037 (")
		12(G)	53	0,043 (")
		13	53	0,125 (")
		14	57	0,212 (")

TABLA 1 (continuación)

Ej. nº	Muestra nº	%CaO	Expansión (partes de muestra en el mortero, días)
	15	53	0,347 (0,1,7)
3	16	60	0,61 (0,1,14) 0,067 (0,04,16)
	17(0)	31	0,134 (") 0,046 (")
	18	40	0,186 (") 0,045 (")
	19	40	0,330 (") 0,044 (")
	20	40	0,413 (") 0,058 (")
	21	40	2,8 (") 0,092 (")

TABLA I (continuación)

Ej. n.º	Muestra n.º	% CaO	Expansión (partes de muestra en el mortero, días)	Expansión (0,08,1)	Expansión (0,08,7)	Expansión (0,08,14)
4	22	64	0,077	0,147	0,156	(0,08,14)
	23	64	0,068	0,131	0,138	"
	24	64	0,065	0,104	0,110	"
	25	64	0,211	0,332	-	"
	26	64	0,063	0,212	0,218	"
	27	64	0,025	0,556	0,560	"
	28	64	0,020	0,651	0,656	"
	29	72	0,043	0,394	0,401	"
	30	76	0,084	0,358	0,363	"
	31	64	0,020	0,619	0,625	"
	32(G)	64	0,019	0,022	0,022	"
	33	64	0,176	0,632	0,635	"
	34	58	0,155	0,347	0,352	"

TABLA 1 (continuación)

Ej. no	Muestra no	% CaO	Expansión (partes de muestra en el mortero, días)					
5	35	83	0,10	(0,07,1)	0,21	(0,07,7)	0,23	(0,07,40)
	36	58	0,02	"	0,20	"	0,22	"
	Testigo		0,01	(0,1)	0,015	(0,7)	0,02	(0,40)
	35	83	-0,01	(0,07,1)	0	(0,07,7)	0,47	(0,07,40)
	36	58	-0,01	"	-0,02	"	-0,025	(")
	Testigo		-0,01	(0,1)	-0,035	(0,7)	-0,055	(0,40)
6	37	84,5	0,331	(0,1,11)				
	38	84,5	0,409	(")				
	39	84,5	0,246	(")				
7	40	69,5	0,09	(0,06,2)	0,15	(0,06,3)	0,165	(0,06,10)
	41	73	0,03	(")	0,04	(")	0,10	(")
	40	69,5	0,20	(0,1,2)	1,16	(0,1,5)	1,21	(0,1,6)
	41	73	0,05	(")	0,60	(")	0,72	(")

} curada
 } a
 } 50 % h.r

Ejemplo 8

Una cal disponible en el comercio (Cemento) se trató con vapor de agua a 250°C hasta que el contenido de CaO fué 80%, y luego se fraccionó en una primera fracción en la que las partículas tenían un tamaño menor de 74 micras, y una segunda fracción en la que las partículas tenían un tamaño de 75 a 125 micras. La primera fracción se usó para preparar morteros que contenían 0,954 partes de un cemento tipo 1 (Norcem PC 300), 0,046 partes de la cal tratada, 3 partes de arena de Monterey lavada nº 20, y 0,5 partes de agua. La segunda fracción se usó para preparar morteros de la misma manera, excepto en que se usaron 0,96 partes del cemento y 0,04 partes de la cal tratada. La resistencia a la compresión de prismas obtenidos por colada de esos morteros se midió tras curado en agua durante el número de días indicado, y se muestra en la Tabla 2.

Tabla 2

<u>Tamaño de partícula</u>	<u>Resistencia a la compresión (kg/cm²) tras</u>		
	<u>1 día</u>	<u>3 días</u>	<u>7 días</u>
0-74	105,5	240	300
75-125	103,5	195	248

Ejemplo 9

Porciones de una cal disponible en el comercio (Flintkote), según se usó en el Ejemplo 2, se trataron con

vapor de agua a 200°C hasta que el contenido de CaO fué 91% (muestra 42), 70% (muestra 43) o 49,5% (muestra 44), o con CO₂ a 580°C hasta que el contenido de CaO fué 88% (muestra 45) o 68% (muestra 46). Parte de la muestra 45

5 se trató con vapor de agua a 200°C, hasta que el contenido de CaO fué 54% (muestra 47). Se prepararon pastas de cemento mezclando en seco 0,1 partes de la muestra y 0,9 partes de un cemento tipo 1-2 (Kaiser Permanente); se añadió luego agua (0,36 partes), y la mezcla se mezcló en un

10 mezclador Hobart durante 20 segundos a baja velocidad, seguido por 20 segundos a media velocidad. Las pastas se pusieron en un medidor de consistencia Halliburton, y sus consistencias, expresadas en unidades Halliburton de consistencia, se muestran en la siguiente Tabla 3 (que también muestra los resultados de una pasta que contiene 1

15 parte del cemento tipo 1-2 y nada de cal tratada).

Tabla 3

Consistencia tras el tiempo indicado (min)

<u>Muestra n.º</u>	<u>0</u>	<u>20</u>	<u>40</u>	<u>60</u>	<u>80</u>	<u>100</u>	<u>120</u>	<u>140</u>	<u>160</u>	<u>180</u>	<u>200</u>	<u>220</u>	<u>240</u>
42	x100	45	45	47	49	53	64	82	100				
43	40	40	38	38	40	42	43	45	48	52	58	63	70
44	32	33	32	34	36	38	40	42	45	50	56	63	75
45	x100	42	40	42	42	43	47	52	58	63	70	79	91
46	56	50	47	45	45	46	46	50	51	53	56	60	67
47	55	38	36	36	36	36	38	40	41	43	45	48	54
Testigo	52	38	36	36	36	36	36	37	38	39	40	42	43

x muestra "falso curado"

REIVINDICACIONES

5 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 los que se recogen en las reivindicaciones siguientes.

10 1a.- Procedimiento para la preparación de una composición que es útil como aditivo de expansión para composiciones de cemento hidratables, y que comprende óxido cálcico e ingredientes que retardan la hidratación del óxido cálcico, caracterizado por: (1) proporcionar partículas (a) que tienen un tamaño menor de 250 micras y (b) que comprenden al menos 36% en peso de CaO; (2) calentar dichas partículas a una temperatura de al menos 100°C, bajo condiciones tales que el producto contenga 36 a 95% en peso de CaO y presente un factor de expansión de al menos 0,06%; y (3) enfriar dichas partículas.

20 2a.- Procedimiento según la reivindicación 1a, caracterizado porque dichas partículas comprenden inicialmente al menos 80% en peso de CaO y se calientan a una temperatura de 100 a 400°C, en una atmósfera que comprende vapor de agua, durante un tiempo suficiente para aumentar el peso de las partículas en al menos 2%.

25 3a.- Procedimiento según la reivindicación 2a, caracterizado porque el peso de las partículas se aumenta en 4 a 12%.

30 4a.- Procedimiento según la reivindicación 1a, caracterizado porque dichas partículas comprenden inicialmente

mente al menos 80% en peso de CaO, y se calientan a una temperatura de 350 a 850°C en una atmósfera que comprende CO₂, durante un tiempo suficiente para aumentar el peso de las partículas en al menos 2%.

5 5a.- Procedimiento según la reivindicación 4a, caracterizado porque el peso de las partículas se aumenta en 4 a 16%.

10 6a.- Procedimiento según la reivindicación 1a, caracterizado porque dichas partículas comprenden inicialmente al menos 80% en peso de CaO y se calientan en una atmósfera que comprende CO₂ y vapor de agua, durante un tiempo suficiente para aumentar el peso de las partículas en 4 a 14%.

15 7a.- Procedimiento según la reivindicación 1a, caracterizado porque dichas partículas comprenden inicialmente 8 a 64% en peso de Ca(OH)₂, y se calientan a una temperatura de 100 a 400°C.

20 8a.- Procedimiento según la reivindicación 7a, caracterizado porque dichas partículas contienen inicialmente 16 a 50% en peso de Ca(OH)₂.

9a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dichas partículas tienen un tamaño de 1 a 100 micras.

25 10a.- Procedimiento según la reivindicación 9a, caracterizado porque dichas partículas tienen un tamaño de 5 a 60 micras.

30 11a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dichas partículas se calientan bajo condiciones tales que el producto tiene un factor de expansión de 0,07 a 0,4%.

12a.- "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION QUE ES UTIL COMO ADITIVO DE EXPANSION PARA COMPOSICIONES DE CEMENTO HIDRATABLES."

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

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

Madrid, 24. ABR. 1979

P.A.

Alberto de Elizaburu
Per Poderes

