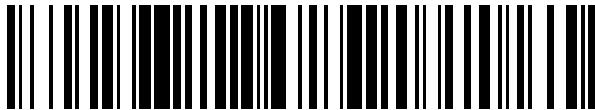


(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 392 062**

(21) Número de solicitud: 201200897

(51) Int. Cl.:

C04B 24/04 (2006.01)
C04B 22/06 (2006.01)
C04B 28/14 (2006.01)

(12)

PATENTE DE INVENCIÓN CON EXAMEN PREVIO

B2

(22) Fecha de presentación:

10.09.2012

(43) Fecha de publicación de la solicitud:

04.12.2012

Fecha de la concesión:

04.04.2013

(45) Fecha de publicación de la concesión:

16.04.2013

(73) Titular/es:

**UNIVERSIDAD MIGUEL HERNÁNDEZ DE ELCHE
(100.0%)
Avda. de la Universidad, s/n
03202 Elche (Alicante) ES**

(72) Inventor/es:

**MONEO PECHO, Luis;
FLORES YEPES, José Antonio y
PASTOR PÉREZ, Joaquín Julián**

(74) Agente/Representante:

JIMÉNEZ BRINQUIS, Rubén

(54) Título: **Aditivo seco para yesos y procedimiento para su preparación**

(57) Resumen:

Aditivo seco para yeso y procedimiento para su fabricación caracterizado por el hecho de que se compone de una base de ácido policarboxílico, más concretamente ácido cítrico, a la cual se le añade dióxido coloidal de silicona en proporción de entre un 0,8% y 1,2% del peso referido al ácido. El aditivo propuesto está presentado en forma de polvo seco, de manera que la mezcla con el yeso cuyas propiedades se pretenden mejorar se realizará antes de la mezcla con agua, pudiendo incorporar el aditivo en la masa seca de yeso durante su fabricación. El procedimiento para su obtención pasa por la disposición de una base de ácido cítrico presentado en forma de cristales sólidos a la que se le adiciona dióxido coloidal de silicona en la proporción indicada para posteriormente mezclarlo hasta la obtención de un color y unas texturas homogéneas.

ES 2 392 062 B2

DESCRIPCIÓN

5 Aditivo seco para yesos y procedimiento para su preparación.

OBJETO DE LA INVENCIÓN

10 La presente invención, tal y como expresa el enunciado de la memoria descriptiva que se redacta, se refiere a un aditivo destinado a mejorar las propiedades del yeso comúnmente empleado en construcción, así como al procedimiento para obtener dicho aditivo.

15 El aditivo propuesto está presentado en forma de polvo seco, de manera que la mezcla con el yeso cuyas propiedades se pretenden mejorar se realizará antes de la mezcla con agua, circunstancia de la cual es posible obtener numerosas ventajas que a continuación se describirán, entre la cuales cabe un producto fácil de empleo y transporte de composición final sólido. Además gracias a la adición de este
20 aditivo, se mejoran las propiedades del sulfato de calcio aumentando sustancialmente sus propiedades como: comportamiento plástico frente a ondas de presión con aumentos significativos de dureza superficial, triplica/cuadriplica la resistencia mecánica, así como una importante mejora en la capacidad de resistencia al fuego.

25

CAMPO DE APLICACIÓN DE LA INVENCIÓN

El campo de aplicación de la presente invención se encuentra dentro del sector de la industria dedicada a la fabricación de materiales para la construcción,
30 como elemento protector de estructuras en general frente al fuego y/o explosiones.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

Es conocida por parte del titular de la presente memoria la existencia de un aditivo para mezclado con yeso común P200800891 el cual consiste en un mortero modificado de sulfato cálcico que presenta la particularidad de incorporar vermiculita expandida y además de la mezcla de sulfato cálcico y agua, aditiva la mezcla con ácido tartárico, ácido cítrico, sulfato de cobre y citrato potásico o sódico, el cual se ha de administrar sobre la fase líquida de la mezcla, previamente al vertido de dicha fase sobre el yeso.

10

El empleo de ácido cítrico en aditivos para yeso resulta bastante frecuente y es posible encontrar multitud de productos en el mercado que lo incluyen en su composición. Dicho ácido posee una naturaleza higroscópica que provoca el que cristalice en gránulos de tamaño variable en función de la humedad captada, razón por la cual, todos los aditivos que emplean ácido cítrico han de ser añadidos al agua de la mezcla. O dicho de otro modo, su aplicación siempre es en fase líquida.

15

Otro antecedente conocido es el consistente en un aditivo de alto peso molecular para composiciones de yeso calcinado y de cemento, consistente en una mezcla para ser utilizada en combinación con agua en la preparación de una lechada que se hidrata para formar un cemento de yeso de aplicación a la intemperie con una expansión reducida, que comprende: 30-70% en peso de cemento hidráulico; 30-70% en peso de yeso calcinado; y 0,05-2,5% en peso de policarboxilato, en donde dicho policarboxilato es un polímero a base de oxialquilenglicol-alquiléteres y derivados de ácidos dicarboxílicos insaturados. El aditivo expuesto en dicha memoria también está destinado a aplicarse en el agua de preparación del yeso, por lo que evidentemente difiere de las propiedades y ventajas del aditivo seco que se preconiza.

20

25

Así, a la hora de realizar la mezcla de yeso aditivado, se hace necesario reunir los componentes principales (yeso, agua) por una parte y disponer al mismo tiempo del aditivo en fase líquida, que habrá de ser dosificado convenientemente en el lugar de empleo y, habitualmente, por personal no cualificado para la realización

adeuada de la dosificación. Aun realizándose en fase líquida y en la proporción adecuada, puede no haberse llegado a una homogenización por escaso tiempo o realización no adecuada por densidades o precipitaciones del producto. Además, la falta de control sobre la dosificación hace imposible conocer la calidad del yeso hasta que éste ha sido dispuesto en la superficie a la que va destinado, habiendo de confiar únicamente en la pericia de los operarios, teniendo un hándicap, la repetitividad de la operación.

Se hace por tanto deseable, un aditivo para yesos que ofrezca las cualidades del ácido cítrico o de los ácidos policarboxilicos pero que al existir en fase sólida, pueda mezclarse con el yeso directamente en fábrica, incluyendo dicho aditivo en el propio saco de yeso con todas garantías cuantificables por sistemas de control de calidad, minimizando así las posibilidades de errores en la dosificación y facilitando el trabajo de los operarios que van a darle el uso final en obra. Esto hará que al disponer de un control de la dosificación se puedan incorporar otras adiciones que confieran propiedades mecánicas a un mas elevadas, como son fibras de carbono, polipropileno, poliamidas tipo poliparafenileno tereftalamida, fibras de vidrio y otros componentes como son fibras minerales que refuercen aun más el comportamiento al fuego intrínseco en la propia matriz. Es además importante señalar la posibilidad de incorporar también a la matriz: espumantes, aireantes o incluso materiales aislantes como poliestirenos, poliuretanos, etc.,

Por otra parte, otras ventajas que ofrece el aditivo que se preconiza, derivadas de la composición que más adelante se describirá son:

- Reducción de la cantidad de agua de mezcla necesaria pudiendo realizar relaciones agua/yeso aditivado de 0,3; es decir se puede llegar a fabricar composiciones de 300 gramos de agua por 1000 gramos de sulfato aditivado.
- Mejora de la trabajabilidad de la mezcla y facilidad de control del tiempo de fraguado. A medida que se aumenta la dosificación del aditivo

aumenta el tiempo de fraguado o el tiempo de trabajabilidad de la mezcla.

5 - Posibilidad de aportación, como se ha indicado, de otros materiales o sustancias como fibras o elementos aligerantes, debido a la alta compacidad de la mezcla.

- Obtención de una matriz final de baja capilaridad.

10 - Una vez fraguado, mejora de la resistencia a cambios bruscos de temperatura.

- Elevada resistencia mecánica.

15 - Alta dureza superficial y mecánica a la flexión compresión.

- Elevada resistencia al fuego.

20 - Alto índice de aislamiento a las ondas de presión para soportar explosiones. Esta propiedad se deduce de las pruebas efectuadas con explosiones reales en ensayos de campo.

25 No es conocida por parte del titular de la presente memoria la existencia de ningún aditivo para yesos con la composición que presenta el aditivo que se describe, así como tampoco ninguno que ofrezca una mejora de las propiedades de la mezcla final añadiéndose en fase sólida.

EXPLICACIÓN DE LA INVENCIÓN

30 La invención que se preconiza consiste en un aditivo para yesos, en forma de polvo seco, que se aplica sobre el yeso seco antes de proceder al mezclado con agua.

Más concretamente, el aditivo presenta la siguiente composición: sobre una base de ácido policarboxílico (ácido cítrico, entre otros), se adiciona una proporción en peso de entre el 0,8% y 1,2% de dióxido coloidal de silicona, estando el porcentaje exacto a emplear en función de las tolerancias que se establezcan dentro del proceso de fabricación del aditivo seco. A mayor cantidad de dióxido coloidal de silicona empleado, mayor es el efecto de dispersión provocado sobre las partículas del ácido.

Tras las investigaciones realizadas, se ha concluido que el efecto del dióxido coloidal comienza a ser significativo a partir de la adición en peso del 0,8%, mientras que a partir del 1,2%, una adición en peso superior no provoca cambios significativos en la actuación de este componente sobre el comportamiento final del aditivo seco.

La aplicación del ácido cítrico en forma de cristales (en su forma anhidra) mezclados junto con la masa seca no produce resultados aceptables ya que la higroscopia del ácido provoca que se formen grumos que no se disuelven adecuadamente, lo que imposibilita el adecuado control de la cantidad de aditivo que finalmente incorporaría el yeso. Es por esta razón que se hace necesario añadir algún elemento que impida dicha formación de grumos, permitiendo una adecuada disolución del aditivo. Dicho elemento debe poseer muy determinadas cualidades, como son una alta termoestabilidad para que no sufra alteraciones en su estructura durante el fraguado, impermeabilidad que evite su interactuación con el agua del fraguado y que posea una alta absorción selectiva sobre los cristales hidratados del ácido cítrico, encontrando que el dióxido coloidal de silicona cumple con dichos requisitos además de ofrecer otras propiedades añadidas que refuerzan las características ventajosas del aditivo.

La mezcla del dióxido coloidal de silicona con el ácido policarboxílico confiere al aditivo seco la propiedad de ser un efectivo dispersante además de protegerlo frente a la higroscopia del ácido evitando la formación de grumos o precipitados. Además, la diferencia de tensión superficial del dióxido coloidal de

silicona mantiene la dispersión o las partículas separadas un largo periodo de tiempo.

El proceso se establece por la adsorción del grupo polar hacia la superficie del ácido. La fuerte adsorción está originada por el gran número de puntos de la superficie a los que se une el dispersante al mismo tiempo. El resto del esqueleto polimérico es lo bastante grande como para crear un efecto conocido como estabilización estérica, mediante el cual se crea una barrera física que mantiene separadas las partículas del ácido. La defloculación permanente se consigue con una distancia de separación mínima entre partículas de 200 Å. Además de produce una disminución de la viscosidad de la mezcla.

La dosificación posterior de mezcla aditivo-yeso (conseguida la formulación), es para cada 1000 g de yeso seco de entre 0,025 y 1 g de aditivo, variando la cantidad en función de las propiedades finales buscadas para la mezcla.

El aumento de la cantidad de aditivo en el yeso provocará un aumento proporcional del tiempo de fraguado del yeso una vez mezclado con agua. Para el amasado de la mezcla será suficiente con una relación de 1 kg de yeso por cada 0,3 kg de agua, como mínimo en el caso óptimo de mezclado con medios mecánicos y energéticos, siendo lo habitual una relación de 0,5 kg de agua por 1 kg de yeso y estableciendo como relación máxima de 1 kg de yeso para 0,7 kg de agua.

Esta baja relación agua/yeso confiere a la mezcla propiedades de elevada resistencia mecánica, dureza superficial y resistencia a flexión y compresión. La baja red capilar de agua lo hace especialmente idóneo para mezclar con otros materiales y crear desarrollos de conjuntos constructivos en aras de conseguir aumentar propiedades de comportamiento según el uso (por ejemplo térmico, acústico, frente a llamas u ondas de choque o presión provocadas por explosiones).

Otro posible modo de aplicación del aditivo que se describe consiste en su aplicación sobre el mortero ya en proceso de fraguado, que servirá en este caso como retardante, permitiendo aumentar la trabajabilidad de la masa.

El procedimiento para la elaboración del aditivo propuesto consistirá en una serie de pasos que a continuación se describen:

5 - Disposición de la base de ácido policarboxílicos (ácido cítrico, entre otros), que podrá ser obtenido mediante cualquiera de los métodos tradicionales, disponiendo éste en forma anhidra (polvo cristalino).

10 - Sobre dicha base del ácido policarboxílico o ácido cítrico, se adicionará el dióxido coloidal de silicona en la proporción de 0,8-1,2% referido al peso del ácido.

15 - Ambos componentes serán mezclados mecánicamente con un agitador energético o por ejemplo una mezcladora de palas, removiendo la mezcla hasta que adapte un color y textura homogéneo, realizando este acto a temperatura ambiente, no inferior a 5°C ni superior a 30°C.

20 - Finalmente, se habrá de empaquetar adecuadamente la mezcla de forma que se evite el contacto con el aire exterior, que pudiera variar los parámetros de humedad del producto final. Así, el envoltorio para el empaquetado habrá de ser opaco y estanco.

25 El aditivo conseguido, presenta además la ventaja de ser inerte con respecto a los materiales habitualmente empleados en yesos modificados, de modo que es posible incluir en la mezcla además de fibras ya mencionadas, áridos, poliuretano, poliestireno, perlita, etc. sin posibilidad de provocar una reacción inesperada que degradara la calidad del producto final. La versatilidad ofrecida por el aditivo descrito, por tanto, hace que éste se configure como un elemento novedoso que resuelve importantes problemas asociados a este tipo de producto, aportando además una fácil aplicación y el empleo para su fabricación de componentes económicos y fácilmente adquiribles en el mercado.

EJEMPLO DE REALIZACIÓN DE LA INVENCIÓN

Según lo explicado anteriormente, se procede a describir un ejemplo de realización de la presente invención, el cual es meramente descriptivo, no pretendiendo limitar el alcance de la invención descrita en la memoria. En el presente ejemplo se describirá además de la fabricación del aditivo que se preconiza, la mezcla a realizar para su aplicación final en conjunción con el yeso, destinada a emplearse para un proceso de fabricación del aditivo con altos niveles de control de calidad.

10

En el interior de una cubeta plástica cuadrada de 9 litros de capacidad, dispuesta en un ambiente interior, protegido de luz solar y humedad, se dispondrá ácido policarboxílico o ácido cítrico deshidratado o dihidratado en forma cristalizada hasta completar 5 Kg de ácido. A continuación se procederá a añadir el dióxido coloidal de silicona depositándolo sobre la base de ácido cítrico indicada anteriormente.

En un mezclador especial de fuerte turbulencia se introduce 5 Kg de ácido policarboxílico (entre otros, ácido cítrico) añadiendo en el mezclador así mismo, 0,05kg (50 gramos) de dióxido coloidal de silicona (porcentaje en peso del 1,2% sobre la masa total de aditivo). En este se mezcla entre 5 y 10 minutos.

A continuación, se envasará la mezcla mediante un plástico con barrera y opaco que proteja convenientemente el producto obtenido, en atmósfera seca.

25

El paso siguiente consistirá en el mezclado del aditivo seco obtenido con la matriz de yeso seco. Para fabricar un saco de 2 kg de yeso se añadirá, para el ejemplo presente, 1 gramo de aditivo (intervalo de aplicación de mezcla entre 0,05-2gr). Estos componentes, una vez depositados en una cubeta plástica rectangular, se mezclarán mecánicamente con la ayuda de una varilla (también puede emplearse cualquier mezclador mecánico) durante unos 15 minutos, hasta que el conjunto presente un aspecto homogéneo.

Finalmente, para realizar el amasado de los 2 kg de yeso se dispondrá de un 1 litro de agua, realizándose la mezcla de forma tradicional. El proceso de fraguado se retrasará en la proporción empleada del aditivo que medido en tiempo de trabajabilidad del operario, implica desde 5 minutos a varias horas. Esto implica la 5 posibilidad de usarlo mediante moldeo posterior. También está la posibilidad de aplicar el yeso manualmente o mediante máquina, disponiendo éste de las propiedades ventajosas que se han descrito anteriormente.

10 Descrita suficientemente la naturaleza de la presente invención, así como la manera de ponerla en práctica, no se considera necesario hacer más extensa su explicación para que cualquier experto en la materia comprenda su alcance y las ventajas que de ella se derivan, haciendo constar que, dentro de su esencialidad, podrá ser llevada a la práctica en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, y a las cuales alcanzará igualmente la protección 15 que se recaba siempre que no se altere, cambie o modifique su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

- 5 1. ADITIVO SECO PARA YESO **caracterizado por** el hecho de que se compone de una base de ácido policarboxílico, más concretamente ácido cítrico, a la cual se le añade dióxido coloidal de silicona en proporción de entre un 0,8% y 1,2% referido al peso del ácido.

- 10 2. ADITIVO SECO PARA YESO, según reivindicación 1 **caracterizado por** que la cantidad en peso de aditivo para añadir al yeso seco para su utilización comprende desde los 0,025 gramos hasta 1 gramo para cada 1000 gramos de yeso seco.

- 15 3. PROCEDIMIENTO PARA OBTENER UN ADITIVO SECO PARA YESO **caracterizado por** que se compone de los siguientes pasos:
 - Disposición de una base de ácido cítrico presentado en forma de cristales sólidos, deshidratado.

 - 20 - Adición de dióxido coloidal de silicona en proporción 0,8% a 1,2% en peso de la base de ácido cítrico dispuesta. (8gr-12gr)/1000gr acido

 - Mezclado hasta la obtención de un color y texturas homogéneas.

 - 25 - Envasado de la mezcla obtenida mediante envoltorio opaco y estanco.



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA

(21) N.º solicitud: 201200897

(22) Fecha de presentación de la solicitud: 10.09.2012

(32) Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

(51) Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	56	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	US 2011056409 A1 (WINKLER MARIA et al.) 10.03.2011, todo el documento.		1-3
A	US 6565645 B1 (KLEIN JOHANN et al.) 20.05.2003, todo el documento; columnas 13-15.		1-3
A	WO 2011054730 A2 (CONSTR RES & TECH GMBH et al.) 12.05.2011, todo el documento.		1-3
A	US 4371399 A (MAY ADOLF et al.) 01.02.1983, todo el documento.		1-3
A	US 2011000399 A1 (HAUK JUERGEN) 06.01.2011, todo el documento.		1-3

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe 20.11.2012	Examinador C. Espejo Rodriguez	Página 1/4
--	-----------------------------------	---------------

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

C04B24/04 (2006.01)

C04B22/06 (2006.01)

C04B28/14 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C04B

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 20.11.2012

Declaración**Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)**

Reivindicaciones 1-3
Reivindicaciones

SI
NO

Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)

Reivindicaciones 1-3
Reivindicaciones

SI
NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	US 2011056409 A1 (WINKLER MARIA et al.)	10.03.2011
D02	US 6565645 B1 (KLEIN JOHANN et al.)	20.05.2003
D03	WO 2011054730 A2 (CONSTR RES & TECH GMBH et al.)	12.05.2011
D04	US 4371399 A (MAY ADOLF et al.)	01.02.1983
D05	US 2011000399 A1 (HAUK JUERGEN)	06.01.2011

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto técnico de la invención es un aditivo seco para yeso compuesto de una base de ácido carboxílico, más concretamente, acido cítrico, al que se añade dióxido coloidal de silicona en proporción 0,8-1,2% en peso referido al ácido y donde la proporción aditivo seco / yeso seco es de 0.025gramos a 1 gramo de aditivo para 1000gr de yeso seco. También es objeto de la invención el procedimiento de obtención el aditivo seco para el yeso, que consiste en disponer de una base de ácido cítrico en forma de cristales sólidos deshidratados, adicionar dióxido coloidal de silicona en una proporción dióxido/ácido de 0,8-1,2/100 en peso, mezclar hasta obtener color y textura homogénea, y envasar en envoltorio opaco y estanco.

El documento D01 se considera el más próximo del estado de la técnica al objeto de la invención, y divulga una composición para adicionar a yeso seco que contiene un retardante de fraguado a partir de ácido cítrico y en una proporción del 0.001-0.5 % en peso frente al yeso. Además también se divulga el uso de sílice (óxido de silicio) como ayudante en el proceso de secado o atomización. La adición del retardante de fraguado (ver reivindicación nº 8) puede hacerse al yeso antes, durante o después de la adición del agua.

El documento D02 divulga una composición mejorada para yeso donde el ácido cítrico forma parte de su composición. Además los geles de sílice se encuentran mencionados entre otros aditivos (columna 13), pudiendo todos estos aditivos ser mezclados con el yeso antes, durante o después de adicionar el agua (columna 15).

El documento D03 divulga un modificador de reología para adicionarlo a composiciones de yeso que comprende dióxido coloidal de silicona y ácidos carboxílicos entre otros componentes.

El documento D04 US4371399 divulga una composición repelente al agua de yeso que contiene una grasa amino, un ácido de bajo peso molecular (ácido dicarboxílicos) y un siliconato metálico básico.

El documento D05 US2011000399 divulga una composición mejorada para yeso donde tanto los ácidos policarboxílicos como los compuestos de silicona forman parte de ésta.

La invención reivindicada difiere principalmente de los documentos citados en que ninguno de los documentos citados muestra que se haya conseguido el aditivo ácido cítrico+ dióxido coloidal en forma de polvo seco, ni se encuentra en las proporciones acido cítrico/ dióxido coloidal y aditivo seco/ yeso seco, reivindicadas. Así, la invención reivindicada implica un efecto mejorado comparado con el estado de la técnica. Además no se considera obvio que un experto en la materia obtenga la invención a partir de los documentos mencionados anteriormente.

Por tanto, ninguno de los documentos citados tomados solos o en combinación revela la invención definida en las reivindicaciones 1 a 3, por lo que se considera que el objeto de la invención es nuevo y presenta actividad inventiva.