

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 810 699**

51 Int. Cl.:

C04B 28/04 (2006.01)

C04B 28/14 (2006.01)

C04B 28/16 (2006.01)

C04B 40/00 (2006.01)

C04B 111/21 (2006.01)

C04B 111/60 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.05.2016 PCT/EP2016/061855**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.12.2016 WO16189062**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.05.2016 E 16725131 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.07.2020 EP 3303248**

54 Título: **Mezcla de superficie anti-formacion de película basada en una suspensión acuosa de alcohol graso**

30 Prioridad:

27.05.2015 EP 15305801

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

09.03.2021

73 Titular/es:

**SIKA TECHNOLOGY AG (100.0%)
Zugerstrasse 50
6340 Baar , CH**

72 Inventor/es:

**ROLLAND, JÉRÔME;
HERR, OLIVER;
MONGE, JOACHIM;
NIGAUD, JUSTINE y
QUALLET, JEAN-JACQUES**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 810 699 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Mezcla de superficie anti-formación de película basada en una suspensión acuosa de alcohol graso

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a una composición que comprende un alcohol graso etoxilado que tiene de 8 a 22 átomos de carbono y que tiene un nivel de etoxilación de 1 a 10 moles de óxido de etileno por mol de alcohol graso, sus usos y método de preparación.

10 La invención encuentra aplicaciones en la industria, particularmente en la industria de la construcción y la industria química.

15 En la siguiente descripción, las referencias entre paréntesis ([1]) se refieren a la lista presentada al final de la descripción.

Antecedentes de la invención

20 Es habitual verter soleras de mortero al suelo para aplanar, nivelar o poner a la superficie un soporte y/o recubrir un suelo de calefacción para a continuación recibir capas superiores (todo tipo de soporte: baldosas, pisos flexibles, pisos flotantes o laminados, etc.)

25 Después de verter, fraguar y secar en la superficie de los pavimentos, se observa con frecuencia la aparición de una película superficial con un grosor de unas pocas centésimas de milímetros formadas con partículas basadas en hidratos de calcio que se mueven hacia la superficie. La película fina tiene pliegues y escamas antiestéticas y reduce considerablemente la capacidad de adherencia de la superficie de los materiales de acabado destinados a cubrir posteriormente las soleras, tales como yeso, cerámica, pinturas, diversos recubrimientos u otros materiales.

30 Este tipo de película también se observa en la superficie de otras composiciones hidráulicas como el hormigón autocompactante (SCC), un hormigón capaz de colocarse en su lugar incluso en formas complejas y restringidas bajo el único efecto de la gravedad.

35 Para obtener una adherencia suficiente de los materiales de acabado a la superficie, resulta necesario cepillar, raspar o lijar la superficie antes de comenzar con el trabajo de acabado para quitar la película de la misma. Este trabajo es largo y costoso.

40 El uso de una mezcla que comprende un agente anti-retracción del tipo de óxido de alquileo y un alcohol graso se conoce del documento U.S. 6.849.118 ([1]) para evitar la formación de polvos superficiales causados por el agente anti-retracción.

45 Un método para preparar un aglutinante hidráulico con mayor resistencia a la formación de una película superficial, que comprende añadir una composición que comprende al menos un alcohol graso y al menos un aceite como mezcla superficial anti-formación de película al aglutinante hidráulico se describe en el documento WO 2013124350 ([2]). Sin embargo, esta composición podría no ser perfectamente miscible en soleras y hormigón, y podría quedas "fuera de fase".

50 Además el uso de alcoholes grasos $C_{14}-C_{22}$ se conoce del documento WO 95/04008 ([3]) para inhibir la eflorescencia en composiciones de cemento, preferiblemente como una emulsión. Sin embargo, la eflorescencia difiere de la película de partículas descrita en que resulta de una reacción de carbonatación de sales de calcio en la superficie de las composiciones de cemento.

El uso de una emulsión de alcohol graso también se conoce del documento U.S. 3.486.916 ([4]), para limitar la evaporación de agua en superficies exteriores.

55 Además, el uso de una mezcla en forma de polvo, que comprende un alcohol graso y un agente antiaglutinante se conoce del documento FR2948930 ([5]), para reducir la formación de películas en superficies horizontales. Como todas las composiciones orgánicas finamente divididas, este tipo de composición puede ser inflamable y/o explosivo, ya que comprende compuestos grasos, en particular alcoholes grasos en forma de polvo finamente dividido. Por lo tanto, es necesario tomar precauciones en el almacenamiento y manejo del producto (por ejemplo, conexión a tierra de las instalaciones).

60 En el documento FR2928915 ([6]) se describe un coadyuvante como una mezcla de superficie anti-formación de película para la composición aglutinante hidráulica de alcohol graso en forma de polvo.

El documento US20150027348 describe un aditivo de superficie anti-formación de película para aglutinantes hidráulicos. Describe alcoholes grasos pero no alcoholes grasos etoxilados o alcanolaminas.

5 Sin embargo, debido a su bajo punto de fusión y su carácter hidrófobo, los alcoholes grasos son difíciles de dispersar y se aglomeran rápidamente bajo calor o incluso durante el almacenamiento bajo su propio peso, lo que dificulta su uso.

10 Como consecuencia, el manejo y la dosificación de un polvo que comprende alcoholes grasos, cuando se preparan aglutinantes hidráulicos, es difícil, especialmente porque los alcoholes grasos tienden a fusionarse a temperaturas superiores a 30°/40°C.

Finalmente, algunos alcoholes grasos, como el alcohol estearílico, son sólidos a temperatura ambiente y, por lo tanto, su uso como adyuvante líquido es difícil.

15 Por lo tanto, el objetivo de esta invención es proponer una mezcla que permita reducir la formación de películas en superficies horizontales de composiciones hidráulicas que no tengan las desventajas descritas anteriormente. Otro objetivo de la presente invención es proporcionar una mezcla de este tipo fácil de usar y estable a temperaturas de 5 a 40°C, así como a lo largo del tiempo (estable durante el almacenamiento).

20 Descripción de la invención.

Según la invención, este problema se resuelve mediante la composición de la invención, que contiene un alcohol graso.

25 El Solicitante ha preparado sorprendentemente una suspensión acuosa que contiene un alcohol graso, dicha suspensión es fluida, y no cristaliza, a temperatura ambiente o a temperaturas más bajas.

Sorprendentemente, la suspensión de la invención puede tener un nivel de emulsionante que es más bajo que los niveles de emulsionantes de las suspensiones clásicas.

30 Además, la composición tiene la sorprendente ventaja de ser estable cuando se almacena a temperatura ambiente durante 6 meses, o incluso más.

35 Además, la composición no queda fuera de fase cuando se almacena a temperatura alta o baja.

Por todas estas razones, y también debido a que la composición de la invención es fluida y bombeable, se puede utilizar como coadyuvante, especialmente para hormigón, que probablemente se usará en una planta mezcladora de hormigón y dosificarse con herramientas de dosificación clásicas para añadirse al hormigón en el sitio de trabajo.

40 Un primer objeto de la invención se refiere así a una composición que comprende al menos:

- un alcohol graso etoxilado que tiene de 8 a 22 átomos de carbono, especialmente que tiene de 12 a 18 átomos de carbono, y que tiene un nivel de etoxilación de 1 a 10 moles, especialmente 1-3 moles de óxido de etileno por mol de alcohol graso,
- 45 • una trialcanolamina, o una morfolina, o sus derivados o una mezcla de ellos, y
- un ácido graso que tiene de 12 a 22 átomos de carbono, especialmente de 12 a 18 átomos de carbono, o una mezcla de los mismos.

50 "Alcohol graso" se refiere en la presente memoria a cualquier alcohol de cadena larga que comprende de 8 a 22 átomos de carbono, que generalmente tiene un número par de átomos de carbono y un único grupo de alcohol (-OH) anclado al carbono terminal, que puede ser saturado o insaturado, lineal o ramificado. Se puede obtener a partir de grasas y aceites naturales, por ejemplo, de ceras, que pueden ser producidas por bacterias, plantas y animales. Alternativamente, se puede preparar a partir de fuentes petroquímicas, por ejemplo, utilizando el método Ziegler. Los ejemplos de tales compuestos son el alcohol mirístico (C14), el alcohol cetílico (C16), el alcohol laurílico (C12) y el alcohol estearílico (C18). Estos alcoholes grasos son sólidos (ceras) a temperatura ambiente (aproximadamente 20°C), y están fácilmente disponibles en cantidades comerciales.

55 La composición de la invención puede comprender más de un alcohol graso, es decir, puede comprender una mezcla de diferentes alcoholes grasos.

60 En particular, el alcohol graso es alcohol estearílico y/o alcohol cetílico.

Preferiblemente, el alcohol graso es alcohol estearílico. Más preferiblemente, el alcohol graso es un alcohol estearílico que tiene 2 moles de óxido de etileno por mol de alcohol graso, también denominado alquil poliglicol éter

C18.

"Alcanolamina" se refiere en la presente memoria a cualquier compuesto químico que contiene grupos funcionales hidroxilo (-OH) y amino (-NH₂, -NHR y -NR₂) en una cadena principal de alcanos. Se puede preparar mediante cualquier método conocido por el experto en la técnica, por ejemplo, por reacción de un óxido de alquileo y una amina o amoníaco a temperatura elevada. Los ejemplos de tales compuestos son monoetanolaminas, N-metildietanolamina, triisopropanolamina, trietanolamina. La monoetanolamina, la N-metil etanolamina y la trietanolamina son estructuralmente cercanas ya que contienen un grupo amina sustituido con uno, dos o tres grupos etanol y un metilo con respecto a la N-Metil dietanolamina. La estructura de la triisopropanolamina es cercana a la de la trietanolamina, ya que los grupos etanol se sustituyen por propanol, lo que puede explicar una eficacia similar. En particular, la alcanolamina puede ser trietanolamina, que se refiere a 2,2',2-nitilotrietanol, cuya fórmula molecular es C₆H₁₅NO₃. La trietanolamina se puede producir a partir de la reacción del óxido de etileno con amoníaco acuoso. Está fácilmente disponible en cantidades comerciales. Sin estar vinculados a ningún mecanismo de acción, se supone que la alcanolamina, especialmente la trietanolamina, puede tener la función de emulsionante y/o tensioactivo en la composición de la invención. Las trietanolaminas contienen un grupo amina sustituido con tres grupos etanol. Especialmente preferida, la alcanolamina comprende 6 - 12 átomos de carbono, más preferiblemente, 6 - 9 átomos de carbono. En particular, la alcanolamina comprende triisopropanolamina y/o trietanolamina.

"Morfolina" se refiere en la presente memoria a cualquier compuesto químico orgánico que tenga la fórmula química O(CH₂CH₂)₂NH, que es un heterociclo que presenta grupos funcionales amina y éter. También se refiere a sus derivados. Tales derivados pueden contener un grupo éter y un grupo amina, que es una estructura cercana a la de una alcanolamina. Los derivados pueden ser, por ejemplo, morfolinoetanol, que es una morfolina que contiene además un grupo etanol, morfolinopropanol, que es una morfolina que contiene además un grupo propanol, aquellos derivados que tienen una estructura cercana, lo que puede explicar una eficacia cercana a la de la trietanolamina. Puede prepararse mediante cualquier método conocido por el experto en la técnica, por ejemplo, mediante la deshidratación de dietanolamina con ácido sulfúrico (Weissermel et al. (2003) "Cap. 7. Oxidation Products of Ethylene". Industrial Organic Chemistry. Wiley-VCH. pág. 159-161 ([7])).

"Mezcla de ellos" se refiere en la presente memoria a cualquier mezcla que contenga una o más alcanolaminas y/o morfolina y/o uno o más derivados de morfolina.

"Ácido graso" se refiere en la presente memoria a cualquier ácido de cadena larga que comprende de 12 a 22 átomos de carbono, en particular un ácido carboxílico con una cadena alifática larga que comprende de 12 a 22 átomos de carbono, que puede ser saturado o insaturado. Se puede preparar por cualquier método conocido por el experto en la técnica, por ejemplo, se puede obtener a partir de triglicéridos o fosfolípidos. Puede ser de origen animal o vegetal. Los ejemplos de ácidos grasos insaturados pueden ser ácido miristoleico (C14), ácido palmitoleico (C16), ácido sapiénico (C16), ácido oleico (C18), ácido elaidico (C18), ácido vaccénico (C18), ácido linoleico (C18), ácido linoléico (C18), ácido α-linolénico (C18), ácido araquidónico (C20), ácido eicosapentaenoico (C20), ácido erúxico (C22), ácido docosahexaenoico (C22). Los ejemplos de ácidos grasos saturados pueden ser ácido caprílico (C8), ácido cáprico (C10), ácido láurico (C12), ácido mirístico (C14), ácido palmítico (C16), ácido esteárico (C18), ácido araquídico (C20), ácido behénico (C22).

En particular, el ácido graso es ácido láurico (C12), ácido palmítico (C16) y/o ácido esteárico (C18).

Preferiblemente, el ácido graso es ácido esteárico, que se refiere a un ácido graso saturado con una cadena de 18 carbonos y tiene el nombre IUPAC de ácido octadecanoico. Es un sólido ceroso y su fórmula química es C₁₇H₃₅CO₂H. El ácido esteárico se obtiene a partir de las grasas y aceites mediante la saponificación de los triglicéridos con agua caliente (por encima de 200°C), y la mezcla resultante se destila. Está fácilmente disponible en cantidades comerciales. Sin estar vinculados a ningún mecanismo de acción, se supone que el ácido esteárico puede tener la función de tensioactivo en la composición de la invención.

Se ha demostrado que las composiciones que comprenden las siguientes combinaciones son especialmente preferidas:

- i) Producto etoxilado de alcohol C16, ácido graso C16 y morfolina;
- ii) Producto etoxilado de alcohol C16, ácido graso C16 y trietanolamina;
- iii) Producto etoxilado de alcohol C18, ácido graso C18 y trietanolamina.

Son incluso más preferidas son las composiciones que comprenden:

- i) producto etoxilado de alcohol cetílico, ácido palmico y morfolina;
- ii) producto etoxilado de alcohol cetílico, ácido palmico y triisopropanolamina;
- iii) producto etoxilado de alcohol estearílico, ácido esteárico, trietanolamina.

En alguna realización, es adecuado que la composición según la invención sea turbia, turbia y/o lechosa, posiblemente blanca y homogénea, es decir, que la composición no contenga compuestos que no estén disueltos y/o no dispersos a temperatura ambiente (es decir, aproximadamente 25°C), para proporcionar un producto estable durante el almacenamiento y la manipulación.

- 5 Por lo tanto, la composición de la invención puede comprender:
- de 2 a 30% en peso de dicho alcohol graso etoxilado, por ejemplo de 6%, o de 7%, o más concretamente de aproximadamente 7,5%,
 - 10 • de 0,007% a 3% en peso de dicha alcanolamina o morfolina o sus derivados o mezcla de ellos, por ejemplo trietanolamina, y
 - de 0,013% a 6% en peso de dicho ácido graso, por ejemplo ácido esteárico,

con respecto al peso de la composición.

15 Tales proporciones se pueden medir por cualquier método disponible para el experto en la técnica, por ejemplo, una escala).

Ventajosamente, la composición de la invención está en forma de un líquido a temperatura ambiente, correspondiente al punto de fusión de la composición por debajo de 30°C, y preferiblemente por debajo de 20°C, muy específicamente a aproximadamente 15°C a 10°C. La densidad de la composición de la invención puede llegar a ser de 0,7 a 1,0, por ejemplo de aproximadamente 0,9. Puesto que la viscosidad de la composición de la invención puede aumentar en climas fríos, puede ser ventajoso utilizarla a una temperatura superior a 10°C. También se puede recomendar almacenarla en un lugar libre de heladas y cumplir con las recomendaciones de almacenamiento generalmente admitidas para coadyuvantes en forma líquida.

Más ventajosamente, la composición de la invención es una suspensión acuosa. En este caso, la composición comprende agua, por ejemplo, en una cantidad suficiente para alcanzar el 100% en peso de la composición en vista de la proporción de los otros componentes de la composición. En la suspensión de la invención, el alcohol graso se dispersa en agua en forma de partículas sólidas y se estabiliza gracias a los emulsionantes.

30 Sin pretender vincularse a la hipótesis, una posible explicación es que el ácido graso y el alcohol graso interactúen a través de enlaces intermoleculares, mientras que la alcanolamina permite la solubilización de la totalidad.

Ventajosamente, la composición de la invención puede estar constituida por los componentes mencionados anteriormente, es decir, que contienen solo esos componentes. Sin embargo, puede ser útil en algunos casos añadir otros agentes, en particular agentes antiespumantes, agentes desfloculantes, agentes reológicos, plastificantes, en particular superplastificantes, modificadores de fraguado, agentes colorantes, biocidas, agentes neutralizantes de calcio, por ejemplo, etilendiaminotetraacetato de calcio o sal disólida de ácido etilendiaminotetraacético y otros agentes emulsionantes convencionales.

40 En una realización particular, la composición de la invención tiene un contenido de materia seca de entre 2% y 30% en peso con respecto al peso de la composición. Tal proporción se puede medir mediante cualquier método disponible para el experto en la técnica, por ejemplo, mediante un desecador de halógeno.

45 La preparación de la composición de la invención se puede realizar con medios simples. Según otro aspecto, la invención por lo tanto se refiere a un método para preparar la composición de la invención, que comprende las etapas de:

- a) derretir el alcohol graso etoxilado y calentarlo a una temperatura superior a su punto de fusión,
- 50 b) añadir el alcohol graso etoxilado fundido obtenido de la etapa a) al agua, y mezclar,
- c) añadir ácido graso a la mezcla obtenida de la etapa b), y mezclar,
- d) añadir alcanolamina a la mezcla obtenida de la etapa c), y mezclar,
- e) añadir agua,
- f) obtener de ese modo una composición de la invención.

55 Con respecto a la etapa a), la temperatura puede estar comprendida entre 40°C y 70°C. Por ejemplo, cuando el alcohol graso es un alcohol estearílico que tiene 2 moles de óxido de etileno por mol de alcohol graso, la temperatura puede ser de aproximadamente 65°C.

60 Después de la etapa a) y antes de la etapa b), es posible calentar un recipiente a la misma temperatura que el de la etapa a) y añadir agua al recipiente calentado antes de añadir el alcohol graso derretido al agua en el recipiente. Es preferible usar en esta etapa de 1/3 a 2/3 del total de agua añadida durante el método para preparar la composición. Ventajosamente, aproximadamente la mitad del agua total añadida se utiliza en esta etapa. Ventajosamente, el agua se calienta a la misma temperatura que el alcohol graso antes de añadir el alcohol graso en la etapa b).

Con respecto a la etapa b), la mezcla puede realizarse a una velocidad comprendida entre 100 y 1000 rpm, preferiblemente entre 250 y 500 rpm.

5 Con respecto a la etapa c), el ácido esteárico se añade preferiblemente en el recipiente al alcohol graso y al agua de tal manera que facilite su dispersión. En una realización de la invención, también se añade una sal de ácido etilendiaminotetraacético en esta etapa del método. La mezcla se puede realizar a una velocidad comprendida entre 100 y 1000 rpm, preferiblemente entre 250 y 500 rpm.

10 En relación con la etapa d), puede ser ventajoso mantener la temperatura de la mezcla por debajo de aproximadamente 70°C. La mezcla se realiza ventajosamente a baja velocidad.

Después de la etapa d) y antes de la etapa e), puede ser ventajoso añadir a la mezcla en el recipiente un agente antiespumante. La mezcla se realiza en esta etapa a baja velocidad.

15 Con respecto a la etapa e), el nivel de agua añadida al recipiente que contiene la mezcla es ventajosamente el resto del agua que se ha añadido previamente durante la etapa b). Puede representar ventajosamente la mitad del agua total añadida durante todo el método de preparación. Ventajosamente, el agua añadida en esta etapa del método es agua fría, o agua a temperatura ambiente.

20 Después de la etapa e), puede ser ventajoso añadir a la mezcla un biocida.

La mezcla se realiza a baja velocidad y a continuación se obtiene la composición. Ventajosamente, la composición se coloca inmediatamente en un recipiente mantenido a temperatura ambiente.

25 Otro objeto de la invención se refiere al uso de una composición de la invención como se define anteriormente, como un adyuvante para un aglutinante hidráulico.

30 En otras palabras, la composición se puede considerar como un coadyuvante para aglutinantes hidráulicos, que se puede añadir a la preparación de un aglutinante hidráulico en el sitio de preparación y vertido del aglutinante hidráulico.

Otro objeto de la invención es el uso de una composición de la invención como se definió anteriormente, para evitar la formación de una película superficial en la superficie de un aglutinante hidráulico.

35 "Aglutinante hidráulico" se refiere en la presente memoria a cualquier compuesto que tenga la propiedad de ser hidratado en presencia de agua y cuya hidratación permita obtener un sólido que tenga características mecánicas. El aglutinante hidráulico puede ser un cemento según la norma EN 197-1 y en particular un cemento Portland, y en particular un cemento CEM I, CEM II, CEM III, CEM IV o CEM V según la norma de cemento NF EN 197-1. Por lo tanto, el cemento puede en particular incluir adiciones minerales. Tales adiciones minerales pueden referirse a
40 escoria (como se define en la norma de cemento NF EN 197-1, párrafo 5.2.2), escoria de acero, materiales puzolánicos (como se define en la norma de cemento NF EN 197-1, párrafo 5.2.3), cenizas volantes (como se define en la norma de cemento NF EN 197-1, párrafo 5.2.4), esquisto calcinado (como se define en la norma de cemento NF EN 197-1, párrafo 5.2.5), caliza (como se define en la norma de cemento NF EN 197-1, párrafo 5.2.6) o humo de sílice (como se define en la norma de cemento NF EN 197-1, párrafo 5.2.7), o mezclas de los mismos. El término
45 "aglutinante hidráulico" también abarca la sal de calcio, que puede ser sulfatos de calcio anhidros o hidratados que hacen posible producir soleras a base de sulfato de calcio.

50 El término "solera a base de sulfato de calcio" se refiere a composiciones en las que el sulfato de calcio que tiene propiedades hidráulicas representa al menos el 85% en peso del aglutinante hidráulico total o, si se utilizan mezclas, al menos el 50% y menos del 85%. El sulfato de calcio puede ser hemihidrato, alfa o beta, o anhidrita, por ejemplo, anhidrita II o III. Los materiales para soleras generalmente satisfacen las condiciones previstas en las normas EN 13813 y 13454-1 relacionadas con morteros para soleras y aglutinantes (hidráulicos) y sulfato de calcio para soleras.

55 El aglutinante hidráulico se puede utilizarse para la realización de, o puede ser, un hormigón fluido, refiriéndose a cualquier mezcla de aglutinantes hidráulicos con áridos, arena, agua y opcionalmente aditivos, y opcionalmente adiciones minerales, incluyendo mortero, y más generalmente a cualquier compuesto como se define en la norma NF EN 934-1, o una solera autocompactante (también denominada "solera autonivelante").

60 Preferiblemente, el aglutinante hidráulico puede usarse para realizar soportes horizontales, por ejemplo, para suelos. En este propósito, la composición de la invención es particularmente ventajosa como coadyuvante para soleras de anhidrita para suelos, ya que permite evitar la aparición de la película superficial cuando la solera se seca.

Otro objeto de la invención se refiere a un aglutinante hidráulico, que comprende una composición de la invención como se definió anteriormente.

El aglutinante hidráulico puede comprender de 0,1 al 5% en peso de la composición de la invención con respecto al peso del aglutinante hidráulico, por ejemplo de 0,5 a 4%, o de 1 a 3%. Tal proporción de la composición en el aglutinante hidráulico se puede medir por cualquier método disponible para el experto en la técnica, por ejemplo, escala para adiciones. Tal cantidad de 0,1 a 5% en peso de la composición de la invención con respecto al peso del aglutinante hidráulico es particularmente ventajosa sobre el estado de la técnica, ya que este nivel particularmente bajo de mezcla de la invención permite obtener el efecto técnico.

Otro objeto de la invención es un procedimiento para prevenir la formación de una película superficial en la superficie de los aglutinantes hidráulicos, en donde la composición de la invención se añade al aglutinante hidráulico seco.

La mezcla de la invención puede ser un coadyuvante en masa. Por lo tanto, se dispersa ventajosamente de manera homogénea por toda la masa del aglutinante hidráulico, antes, durante o después del mezclado. La composición de la invención se puede añadir al aglutinante hidráulico seco, o a la arena o al árido antes de mezclar o durante la mezcla, y preferiblemente la composición se añade al agua de mezcla. Alternativamente, la composición se puede añadir al aglutinante hidráulico seco antes del agua para mezclar.

Los siguientes ejemplos se proporcionan solo con fines ilustrativos y no pretenden ser una limitación de las reivindicaciones adjuntas a la presente. Todas las partes y porcentajes están expresados en peso a no ser que se observe lo contrario.

Breve descripción de los dibujos

- La Figura 1 representa una imagen de una solera clásica, es decir, que se ha realizado sin la mezcla objeto de la invención.
- La Figura 2 representa 2 imágenes de (A) una solera clásica, es decir, que se ha realizado sin la mezcla objeto de la invención, y (B) una solera realizada con la mezcla objeto de la invención.
- La Figura 3 representa una imagen de una solera realizada con el aditivo objeto de la invención.
- La Figura 4 muestra imágenes de soleras clásicas (sin aditivo según la invención; lado derecho) y soleras realizadas con varios aditivos B a H de acuerdo con la invención (lado izquierdo).
- La Figura 5 muestra imágenes de soleras clásicas (sin aditivo según la invención; lado derecho) y soleras realizadas con varios aditivos J a R según la invención (lado izquierdo).

Ejemplos

Ejemplo 1: Método de preparación de una solera de anhídrita sin aditivo superficial anti-formación de película

El método de preparación de una solera de anhídrita sin película superficial (es decir, solera clásica), cuya composición se describe en la Tabla 1, se realiza implementando, en un mezclador de mortero que cumple con la norma actual NF EN 196-1, las siguientes etapas:

- introducir agua y agente desfloculante en un tazón de mortero;
- añadir sulfato anhídrico;
- mezclar a baja velocidad durante 1 minuto;
- añadir arena;
- mezclar a baja velocidad durante 2 minutos;
- raspar el tazón;
- mezclar a baja velocidad durante 8 minutos;
- detener la amasadora;
- recuperar durante 20 minutos;
- mezclar durante 30 segundos a baja velocidad;
- disponer en un recipiente metálico de dimensiones 4x16x16 cm;
- cubrir la superficie del tazón con una tapa;
- almacenar durante 4 días a 20°C y 50% de humedad relativa;
- controlar el aspecto superficial.

La composición de la solera a base de sulfato anhídrico, sin mezcla superficial anti-formación de película, se proporciona en la Tabla 1.

Tabla 1:

| Ingrediente | Dosis |
|---|------------------------|
| Sulfato anhidro | 620 Kg/m ³ |
| Arena seca de Bernières 0/4 mm | 1250 Kg/m ³ |
| Defloculante Sika® Viscocrete® Tempo 11 | 1,1 % * |
| Agua total | 280 L/m ³ |
| * expresado en comparación con el nivel de sulfato anhidro. | |

La Figura 1 muestra una imagen del estado de la superficie de la solera anhidra sin película superficial, es decir, preparada sin mezcla de superficie anti-formación de película.

5 **Ejemplo 2: Método de preparación de una solera de anhidrita con mezcla de superficie anti-formación de película**

10 El método de preparación de una solera de anhidrita con mezcla de superficie anti-formación de película, cuya composición se describe en la Tabla 2, se realiza implementando, en un mezclador de mortero que cumple con la normal actual NF EN 196-1, las siguientes etapas:

- introducir agua, la mezcla de superficie anti-formación de película y el agente defloculante en un tazón de mortero;
- 15 • añadir sulfato anhidro;
- mezclar a baja velocidad durante 1 minuto;
- agregar arena;
- mezclar a baja velocidad durante 2 minutos;
- raspar del tazón;
- 20 • mezclar a baja velocidad durante 8 minutos;
- detener la amasadora;
- recuperar durante 20 minutos;
- mezclar durante 30 segundos a baja velocidad;
- disponer en un recipiente metálico de dimensiones 4x16x16 cm;
- 25 • cubrir la superficie del tazón con una tapa;
- almacenar durante 4 días a 20°C y 50% de humedad relativa;
- controlar el aspecto superficial.

30 La composición de la solera a base de sulfato anhidro, con mezcla de superficie anti-formación de película, se proporcióna en la Tabla 2.

Tabla 2:

| Ingrediente | Dosis |
|---|------------------------|
| Sulfato anhidro | 620 Kg/m ³ |
| Arena seca de Bernières 0/4 mm | 1250 Kg/m ³ |
| Aditivo de película antiperforación | 0,25 %* |
| Defloculante Sika® Viscocrete® Tempo 11 | 1,1% * |
| Agua total | 280 L/m ³ |
| * expresado en comparación con el nivel de sulfato anhidro. | |

35 La Figura 2 muestra una imagen del estado de la superficie de la solera anhidra con mezcla de superficie anti-formación de película.

40 La Figura 2 B muestra una imagen del estado de la superficie de la solera anhidra con aditivo de superficie anti-formación de película, y la Figura 2 A muestra una imagen del estado de la superficie de la solera anhidra sin película de superficie, es decir, preparada sin mezcla de superficie anti-formación de película.

Ejemplo 3: comparación de la estabilidad de diferentes fórmulas de aditivos

Se han probado diferentes fórmulas de aditivos. La estabilidad de estas diferentes fórmulas se describe en la Tabla 3 a continuación.

5

Tabla 3:

| Alcohol estearílico etoxilado 2 tipo Eumulgin® S2 (% en peso en la mezcla) | Ester de sorbitán etoxilado tipo Montanox® 80VG (% en peso en la mezcla) | Grado técnico de ácido esteárico (% en peso en la mezcla) | Trietanolamina (TEA) 85% de grado técnico (% en peso en la mezcla) | Agua (% en peso en la mezcla) | Estabilidad a 20°C | Bombeabilidad |
|--|--|---|--|-------------------------------|-----------------------|---------------|
| 20 | 4 | | | Csp 100% | - | -/+ |
| 20 | 8 | | | Csp 100% | - | -/+ |
| 10 | 4 | | | Csp 100% | - | -/+ |
| 10 | | 1,33 | 0,67 | Csp 100% | + | - |
| 7,5 | | 0,05 | 0,025 | Csp 100% | + (al menos 12 meses) | + |
| 5 | | 0,033 | 0,016 | Csp 100% | -/+ | + |

En cuanto a la estabilidad:
 - significa una estabilidad inferior a 1 semana,
 -/+ significa una estabilidad inferior a 1 mes,
 + significa una buena estabilidad, superior a 6 meses.
 En cuanto a la bombeabilidad:
 + significa fácilmente bombeable,
 -/+ significa mediamente bombeable,
 - significa apenas bombeable.

Ejemplo 4: mezclas basadas en alcohol estearílico etoxilado y ácido palmítico/ácido láurico y morfolina/triisopropanolamina

10

Se han producido diferentes fórmulas de mezclas basadas en alcohol estearílico etoxilado. De este modo, el ácido palmítico o el ácido láurico se han utilizado como ácido graso combinados con triisopropanolamina (TiPA; alcanolamina) o morfolina, respectivamente. Las composiciones, estabilidades y bombeabilidades (misma clasificación que se define en la tabla 3) se proporcionan en la tabla 4 a continuación. Para todas las composiciones, las proporciones de peso restantes (cantidad suficiente para 100% en peso; "csp") consisten en agua.

15

Tabla 4:

| Núm. | Producto etoxilado de alcohol estearílico 2 (Eumulgin® S2) (% en peso en la mezcla) | Ácido palmítico (% en peso en la mezcla) | Ácido láurico (% en peso en la mezcla) | Morfolina (% en peso en la mezcla) | TiPA (% en peso en la mezcla) | Estabilidad a 20°C | Bombeabilidad |
|------|---|--|--|------------------------------------|-------------------------------|--------------------|---------------|
| B | 7,5 | 0,05 | | 0,025 | | +/- | + |
| C | 7,5 | | 0,05 | 0,025 | | +/- | + |
| D | 7,5 | | 0,05 | | 0,025 | +/- | + |
| E | 7,5 | 0,05 | | | 0,025 | +/- | + |
| J | 7,5 | 1 | | 0,5 | | +/- | + |

Ejemplo 5: mezclas basadas en alcohol cetílico etoxilado y ácido palmítico/ácido láurico y morfolina/triisopropanolamina

20

5 Se han producido diferentes fórmulas de mezclas basadas en alcohol cetílico etoxilado. De este modo, el ácido palmítico o el ácido láurico se han utilizado como ácido graso en combinación con triisopropanolamina (TiPA; alcanolamina) o morfolina, respectivamente. Las composiciones, estabilidades y bombeabilidades (misma clasificación que se define en la tabla 3) se proporcionan en la tabla 5 a continuación. Para todas las composiciones, las proporciones en peso restantes (cantidad suficiente para 100% en peso; "csp") consisten en agua.

Tabla 5:

| Núm. | Producto etoxilado de alcohol cetílico 2 (Brij® 52) (% en peso en la mezcla) | Ácido palmítico (% en peso en la mezcla) | Ácido láurico (% en peso en la mezcla) | Morfolina (% en peso en la mezcla) | TiPA (% en peso en la mezcla) | Estabilidad a 20°C | Bombeabilidad |
|------|--|--|--|------------------------------------|-------------------------------|--------------------|---------------|
| F | 7,5 | 0,05 | | 0,025 | | +/- | + |
| G | 7,5 | | 0,05 | 0,025 | | +/- | + |
| H | 7,5 | | 0,05 | | 0,025 | +/- | + |
| N | 7,5 | 1 | | 0,5 | | + | + |
| R | 7,5 | 1 | | | 0,5 | + | + |

10 Ejemplo 7: Preparación de soleras de anhídrita con mezclas B - R

10 Se han producido diferentes capas de anhídrita con y sin mezclas de superficie anti-formación de película B a R de la misma manera que se describe con el ejemplo 2. Las Figuras 4 y 5 muestran imágenes representativas de las superficies de las soleras obtenidas. En los lados izquierdos de las Figuras 4 y 5, se muestran las superficies de las soleras obtenidas con aditivos, mientras que en los lados derechos se presentan las superficies de las soleras sin aditivos (por razones de comparación).

15 Como se puede observar en las Figuras 4 y 5, todas las mezclas de la invención mejoran claramente la calidad de la superficie.

20 Lista de referencias

1. Documento U.S.6.849.118.
2. Documento WO 2013124350.
3. Documento WO 95/04008.
- 25 4. Documento U.S. 3.486.916.
5. Documento FR2948930.
6. Documento FR2928915.
7. Weissermel y col. (2003) "Cap. 7. Oxidation Products of Ethylene". Industrial Organic Chemistry. Wiley-VCH. pág. 159-161.

30

REIVINDICACIONES

1. Una composición que comprende al menos:
- un alcohol graso etoxilado que tiene de 8 a 22 átomos de carbono y que tiene un nivel de etoxilación de 1 a 10 moles de óxido de etileno por mol de alcohol graso,
 - una trialcanolamina o una morfolina, o sus derivados o una mezcla de ellos, y
 - un ácido graso, que tiene de 12 a 22 átomos de carbono.
2. La composición según la reivindicación 1, en donde dicha composición es una suspensión acuosa.
3. La composición según la reivindicación 1 o 2, en donde dicha trialcanolamina es trietanolamina.
4. La composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde dicho ácido graso es ácido esteárico.
5. La composición según la reivindicación 1, en donde la composición comprende:
- de 2% a 30% en peso de dicho alcohol graso etoxilado,
 - de 0,007% a 3% en peso de dicha trialcanolamina o una morfolina o su derivado o mezcla de ellos, y
 - de 0,013% a 6% en peso de dicho ácido graso.
6. La composición según la reivindicación 5, en donde dicha composición comprende agua en una cantidad suficiente para 100% en peso.
7. La composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicha composición tiene un contenido de materia seca de entre 2% y 30% en peso.
8. La composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho alcohol graso etoxilado tiene de 16 a 18 átomos de carbono, y un nivel de etoxilación de 2 moles de óxido de etileno por mol de alcohol graso.
9. El uso de una composición en forma de una mezcla para un aglutinante hidráulico, por medio de lo cual dicho aglutinante hidráulico comprende una sal de calcio que es un sulfato de calcio en forma de hemihidrato o anhidrita, y por medio de lo cual la composición comprende al menos:
- un alcohol graso etoxilado que tiene de 8 a 22 átomos de carbono y que tiene un nivel de etoxilación de 1 a 10 moles de óxido de etileno por mol de alcohol graso,
 - una alcanolamina o una morfolina, o sus derivados o una mezcla de ellos, y
 - un ácido graso
10. El uso según la reivindicación 9, por medio de lo cual la composición se utiliza para evitar la formación de una película superficial en la superficie del aglutinante hidráulico.
11. Un aglutinante hidráulico, que comprende una composición como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde dicho aglutinante hidráulico comprende una sal de calcio que es un sulfato de calcio en forma de hemihidrato o anhidrita.
12. Un aglutinante hidráulico según la reivindicación 11, que comprende de 0,1 a 5% en peso de dicha composición.
13. Un procedimiento para prevenir la formación de una película superficial en la superficie de los aglutinantes hidráulicos, en donde se añade una composición al aglutinante hidráulico seco, por medio de lo cual dicho aglutinante hidráulico comprende una sal de calcio que es un sulfato de calcio en forma de hemihidrato o anhidrita, y por medio de lo cual la composición comprende al menos:
- un alcohol graso etoxilado que tiene de 8 a 22 átomos de carbono y que tiene un nivel de etoxilación de 1 a 10 moles de óxido de etileno por mol de alcohol graso,
 - una alcanolamina o una morfolina, o sus derivados o una mezcla de ellos, y
 - un ácido graso
14. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicha composición se añade a dicho aglutinante hidráulico seco antes del agua para mezclar.
15. Un procedimiento para preparar una composición, por medio de lo cual la composición comprende al menos:
- un alcohol graso etoxilado que tiene de 8 a 22 átomos de carbono y que tiene un nivel de etoxilación de 1 a 10 moles de óxido de etileno por mol de alcohol graso,

ES 2 810 699 T3

- una alcanolamina o una morfolina, o sus derivados o una mezcla de ellos, y
 - un ácido graso
- y por medio de lo cual, el procedimiento comprende las etapas de:

- 5
- a) derretir el alcohol graso etoxilado y calentarlo a una temperatura superior a su punto de fusión,
 - b) añadir agua al alcohol graso etoxilado fundido obtenido de la etapa a), y mezclar,
 - c) añadir ácido graso a la mezcla obtenida de la etapa b), y mezclar,
 - d) añadir alcanolamina o morfolina, o su derivado o mezcla de ellos a la mezcla obtenida de la etapa c), y mezclar,
- 10
- e) añadir agua,
 - f) obtener de ese modo la composición.

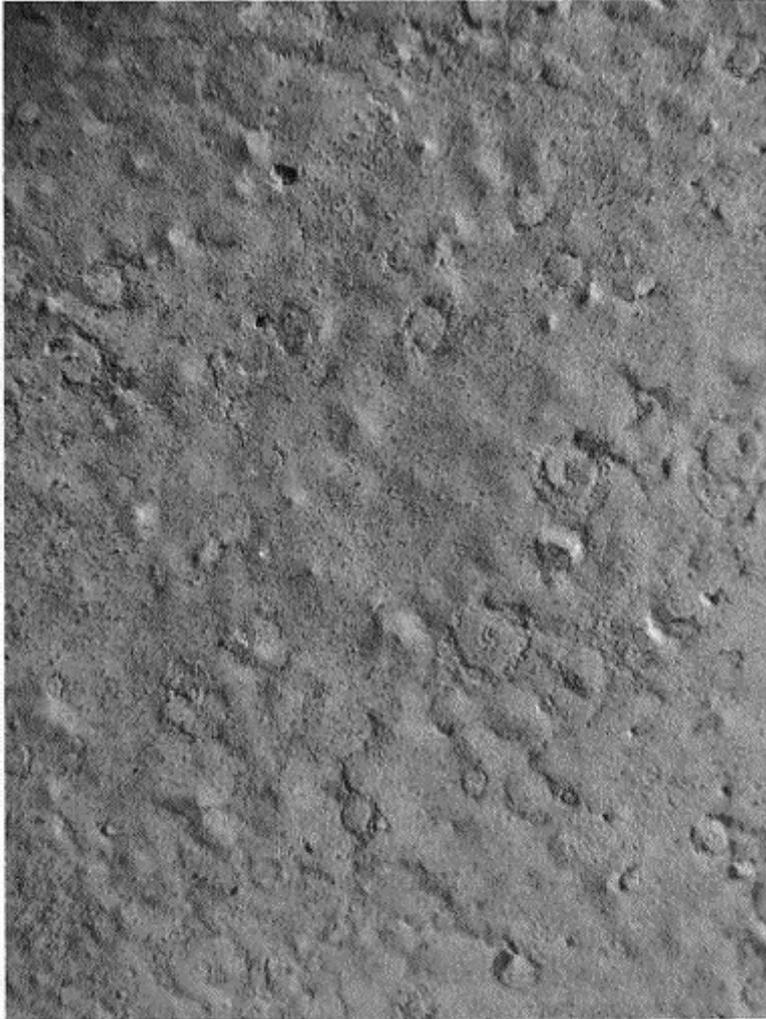


Figura 1

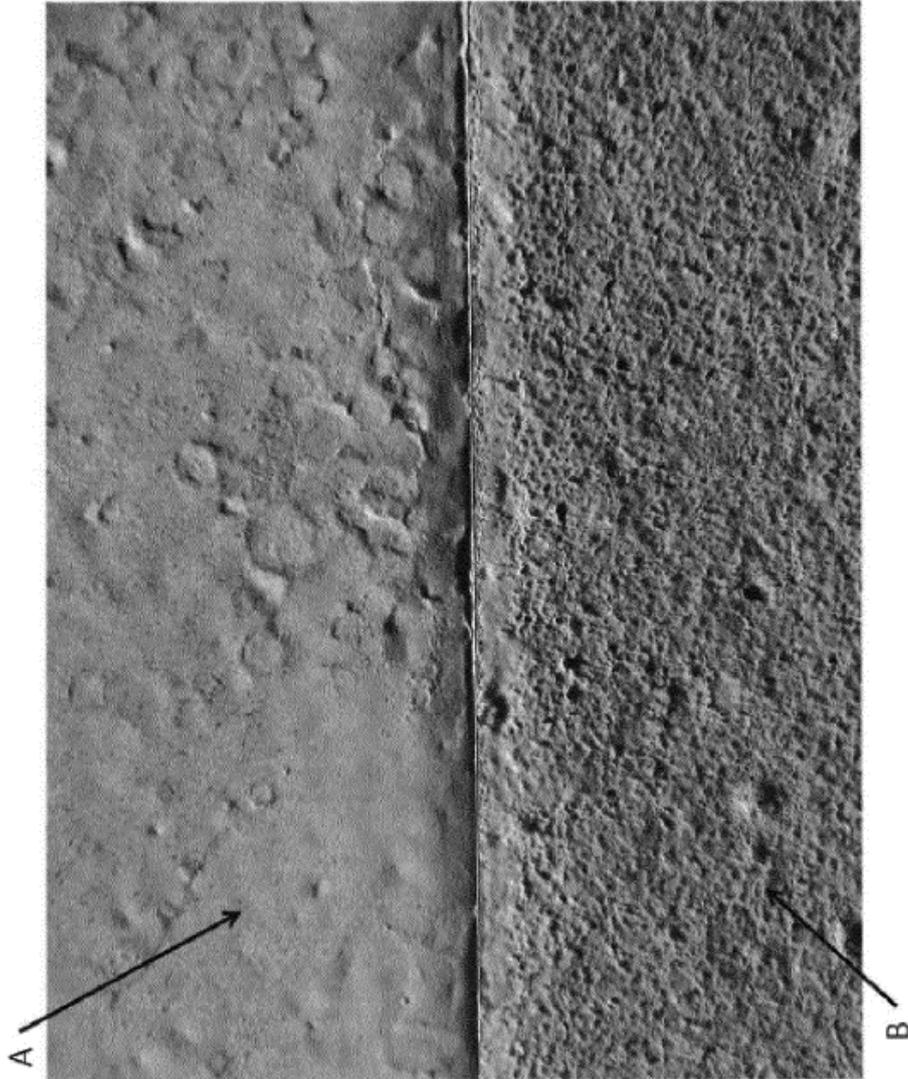


Figura 2



Figura 3

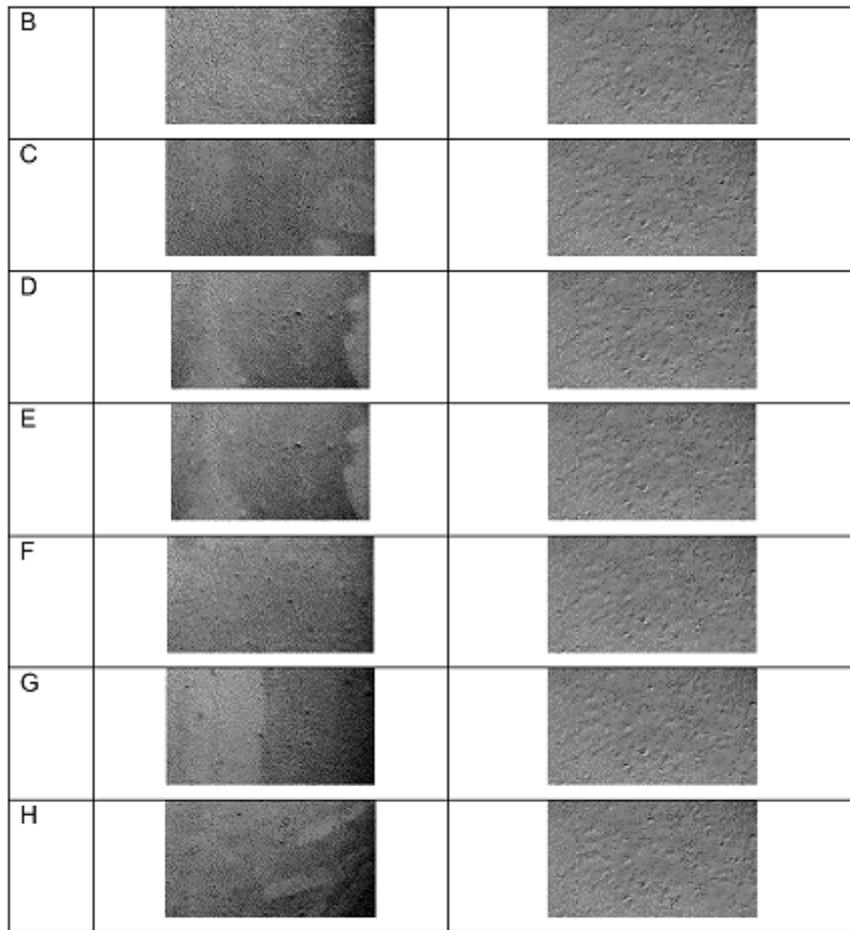


Figura 4

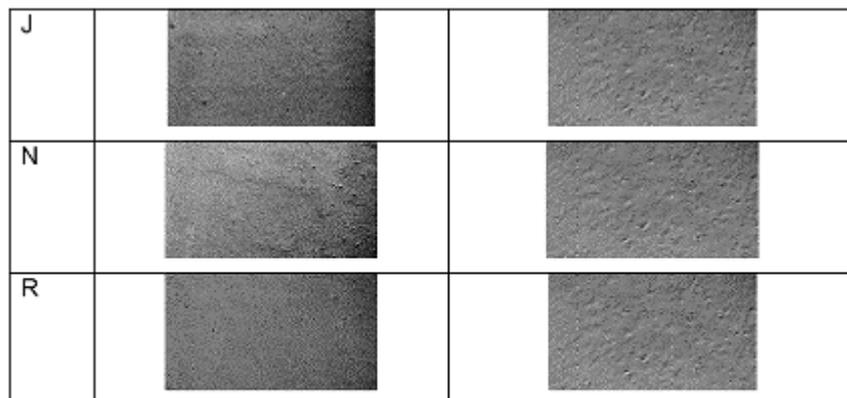


Figura 5