

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 974 975**

51 Int. Cl.:

C04B 14/06 (2006.01)

C04B 24/38 (2006.01)

C04B 24/12 (2006.01)

C04B 28/02 (2006.01)

C04B 111/72 (2006.01)

C04B 40/00 (2006.01)

C04B 111/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.09.2019 PCT/KR2019/012521**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **09.04.2020 WO20071685**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.09.2019 E 19869038 (0)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.02.2024 EP 3862333**

54 Título: **Aditivo para mortero de cemento que comprende sílice hidrófoba y método de preparación del mismo**

30 Prioridad:

01.10.2018 KR 20180117147

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.07.2024

73 Titular/es:

**LOTTE FINE CHEMICAL CO., LTD. (100.0%)
19, Yecheon-ro 217beon-gil
Nam-gu, Ulsan 44714, KR**

72 Inventor/es:

**JEONG, HYUN JI;
KWON, BONG JIN y
JU, JI EUN**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 974 975 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

Aditivo para mortero de cemento que comprende sílice hidrófoba y método de preparación del mismo

5 Campo técnico

La presente divulgación se refiere a un aditivo para mortero de cemento que incluye sílice hidrófoba y a un método de fabricación del mismo. Más particularmente, la presente divulgación se refiere a un aditivo para mortero de cemento que contiene urea, que incluye sílice hidrofóbica, de modo que se suprime el fenómeno de aglomeración del aditivo para así aumentar el almacenamiento a largo plazo del mismo, y a un método de fabricación del mismo.

Antecedentes de la técnica

El mortero de cemento se obtiene mediante el mezclado de cemento y arena con una cantidad adecuada de agua, seguido del amasado. El mortero de cemento se usa para el acabado final del interior, exterior, techo y suelo de un edificio e incluye, adicionalmente, una composición de aditivo para la potenciación de las propiedades físicas, tales como la viscosidad, la fuerza adhesiva y el tiempo de trabajabilidad, además de los materiales principales, tales como el cemento y la arena.

EP 1 078 897 A1 se refiere a una composición de cemento de resistencia temprana potenciada, útil en proyectos de construcción de superficies, así como en la construcción de pozos de petróleo, gas y agua, que comprende un cemento hidráulico, agua para formar una pasta y polvo de sílice hidrófoba.

El documento US 2018/249706 A1 se refiere a un método de elaboración de una composición sólida estabilizada que comprende: preformar un complejo sólido de urea y ácido; y añadir al menos un componente activo adicional que comprende un tensioactivo, polímero y/o sólidos adicionales al complejo sólido de urea y ácido para formar una composición sólida; en donde la urea y el ácido están en el complejo sólido preformado en una relación molar de 1:3 a 3:1; en donde el ácido es ácido cítrico, ácido glutámico, ácido sulfámico, ácido málico, ácido maleico, ácido tartárico, ácido láctico, ácido aspártico, ácido succínico, ácido adípico, ácido hidroxiacético, ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido glucónico, ácido itacónico, ácido tricloroacético, ácido benzoico, ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido fumárico y/o ácidos tereftálicos. Se proporcionan composiciones sólidas de enjuague, limpieza y/o desinfección para diversas aplicaciones.

El éter de celulosa es un espesante representativo de los materiales naturales y tiene una excelente capacidad espesante, capacidad de retención de agua, propiedades adhesivas y dispersabilidad y también tiene la excelente estabilidad causada por las propiedades no iónicas del mismo, siendo así ampliamente usado en diversos campos, tales como aditivos para la construcción, estabilizantes para cosméticos, espesantes para productos del hogar y aglutinantes orgánicos.

En el mortero de cemento, se usa un espesante con el fin de evitar la separación de materiales, ampliar el tiempo de trabajabilidad y mantener la humedad requerida para el endurecimiento del cemento que es un material principal. Sin embargo, cuando no se garantiza un tiempo de trabajabilidad suficiente, existe el problema de que se reduce la eficacia del trabajo debido a la insuficiente resistencia adhesiva y al acortamiento del tiempo de trabajabilidad.

Por consiguiente, la solicitud de patente coreana n.º 2017-0106251 divulga una composición de aditivo para mortero de cemento para baldosas que incluye éter de celulosa y urea para mejorar el tiempo de trabajabilidad y la resistencia adhesiva.

Sin embargo, dado que la urea contenida en la composición del documento anteriormente descrito provoca aglomeración entre las partículas debido a la deliquesencia característica de la misma, la estabilidad durante el almacenamiento a largo plazo no puede dejar de tenerse en cuenta en el proceso de traslado, transporte, reenvasado y suministro de la misma a los consumidores después de la fabricación de la misma, por lo que la urea está presente en forma de pellas o gránulos. Por consiguiente, con el fin de mezclar uniformemente la urea en forma de pellas o gránulos con el aditivo para mortero de cemento, se requiere la pulverización hasta dar un polvo. En el caso de la urea pulverizada durante un proceso de pulverización, debido a la deliquesencia de la misma, la acumulación y fusión del polvo de urea se produce en las instalaciones, tales como los aparatos, los tubos interiores y los filtros de bolsa, en el proceso de pulverización. Esto provoca problemas de proceso, tales como un fallo de la instalación y una disminución de la productividad, y también causa problemas en el sentido de que, debido a la falta de homogeneidad del mezclado del polvo y la baja estabilidad durante el almacenamiento del polvo de urea, la calidad del aditivo para mortero de cemento se vuelve inestable y las propiedades físicas del mortero de cemento se deterioran.

Divulgación

Problema técnico

Por consiguiente, la presente divulgación se ha elaborado teniendo en cuenta los problemas anteriores que se

5 producen en la técnica anterior y un objetivo de la presente divulgación consiste en proporcionar un aditivo para mortero de cemento para la prevención de la acumulación y fusión en un aparato debido a la deliquesencia de la urea, la mejora de la estabilidad durante el almacenamiento y la posibilidad de un mezclado uniforme cuando se mezcle mortero de cemento incluso en el estado de formación de polvo de la urea y un método de fabricación del aditivo para mortero de cemento.

Solución técnica

10 Con el fin de lograr el objetivo anterior, una realización de la presente divulgación de conformidad con la reivindicación 1 proporciona un aditivo para mortero de cemento que incluye éter de celulosa, polvo de urea y sílice hidrófoba

en donde el contenido del éter de celulosa es del 65 al 89,3 % en peso, el contenido del polvo de urea es del 10 al 30 % en peso y el contenido de la sílice hidrófoba es del 0,7 al 5 % en peso.

15 En una realización preferida de la presente divulgación, el éter de celulosa puede ser uno o más seleccionados del grupo que consiste en alquil celulosa, hidroxialquil celulosa, hidroxialquilalquil celulosa, alquilhidroxialquil celulosa y alquilalquilhidroxialquil celulosa.

20 En una realización preferida de la presente divulgación, el éter de celulosa puede ser uno o más seleccionados del grupo que consiste en metil celulosa, hidroxipropilmetil celulosa, hidroxietilmetil celulosa e hidroxietil celulosa.

25 En una realización preferida de la presente divulgación, la viscosidad de la solución acuosa de éter de celulosa que tiene una concentración del 2 % en peso puede ser de 4 a 100 Pa·s (de 4.000 a 100.000 cPs) en unas condiciones de 20 °C y 20 rpm, medida con un viscosímetro Brookfield.

En una realización preferida de la presente divulgación, el polvo de urea puede tener un tamaño de partícula promedio de 50 a 250 µm.

30 Otra realización de la presente divulgación proporciona un método de fabricación de un aditivo para mortero de cemento. El método incluye (a) pulverizar urea para proporcionar el polvo de urea y (b) mezclar el polvo de urea con sílice hidrófoba y éter de celulosa, en donde el aditivo para mortero de cemento incluye del 65 al 89,3 % en peso del éter de celulosa, del 10 al 30 % en peso de la urea y del 0,7 al 5 % en peso de la sílice hidrófoba.

35 Otra realización de la presente divulgación proporciona un método de fabricación de un aditivo para mortero de cemento. El método incluye (i) mezclar urea y sílice hidrófoba para proporcionar una mezcla, (ii) pulverizar la mezcla para obtener un polvo mixto y (iii) mezclar el polvo mixto con éter de celulosa, en donde el aditivo para mortero de cemento incluye del 65 al 89,3 % en peso del éter de celulosa, del 10 al 30 % en peso de la urea y del 0,7 al 5 % en peso de la sílice hidrófoba.

40 En otra realización preferida de la presente divulgación, el éter de celulosa puede ser uno seleccionado del grupo que consiste en alquil celulosa, hidroxialquil celulosa, hidroxialquilalquil celulosa, alquilhidroxialquil celulosa y alquilalquilhidroxialquil celulosa.

45 En otra realización preferida de la presente divulgación, el éter de celulosa puede ser uno seleccionado del grupo que consiste en metil celulosa, hidroxipropilmetil celulosa, hidroxietilmetil celulosa e hidroxietil celulosa.

En otra realización preferida de la presente divulgación, el polvo de urea puede tener un tamaño de partícula promedio de 50 a 250 µm.

50 Efectos ventajosos

55 De acuerdo con la presente divulgación, cuando se mezcla sílice hidrófoba durante la pulverización de urea, resulta posible evitar la aparición de problemas en el proceso en los que la urea se acumula o se fusiona en tuberías o aparatos durante un proceso de pulverización de la urea.

Además, en un aditivo para mortero de cemento de acuerdo con la presente divulgación, dado que la urea y el éter de celulosa se mezclan con sílice hidrófoba, se supera el problema causado por la deliquesencia de la urea, evitando, de este modo, la inestabilidad de la calidad del aditivo para mortero de cemento y el deterioro de las propiedades físicas del mortero cuando se mezcla con el mortero de cemento.

60 Descripción de los dibujos

65 La FIG. 1 es un diagrama de flujo que muestra un proceso de mezclado de adición de sílice hidrófoba a un aditivo para mortero de cemento de acuerdo con la presente divulgación.

Mejor modo

A menos que se defina de otro modo, todos los términos y las expresiones técnicas y científicas usadas en la presente memoria descriptiva tienen el mismo significado que el que entiende comúnmente un experto en la materia a la que pertenece la presente divulgación. En general, la nomenclatura usada en la presente memoria descriptiva es bien conocida y comúnmente usada en la técnica.

Cuando se dice que una parte "incluye" un determinado componente a lo largo de la memoria descriptiva de la presente solicitud, se quiere decir que se pueden incluir, además, otros componentes en lugar de excluir otros componentes, a menos que se indique de otra manera.

Un aspecto de la presente divulgación se refiere a un aditivo para mortero de cemento que incluye éter de celulosa, polvo de urea y sílice hidrófoba.

En general, el mortero de cemento, es decir, el mortero de cemento para baldosas, el mortero de mampostería o el mortero de complemento, incluye éter de celulosa con el fin de evitar la separación de materiales, ampliar el tiempo de trabajo y garantizar la capacidad de retención de agua requerida para el endurecimiento del cemento. Sin embargo, cuando no se garantiza un tiempo de trabajabilidad suficiente, se reduce la eficacia debido a una resistencia adhesiva insuficiente y al acortamiento del tiempo de trabajo.

Por consiguiente, la presente divulgación proporciona un aditivo para mortero de cemento que incluye éter de celulosa y urea con el fin de resolver los problemas anteriores y permite un mezclado uniforme del aditivo mediante el mezclado de sílice hidrófoba con urea que tiene delicuescencia.

Diversos derivados de éter de celulosa fabricados usando pasta de celulosa natural se usan ampliamente como aditivos para mortero de cemento con el nombre de espesante, agente de retención de agua o agente reductor de separación de materiales. La razón principal por la que se usa el éter de celulosa como aditivo para mortero de cemento es que el éter de celulosa mezclado con el mortero de cemento sirve para realizar tres acciones básicas de retención de agua, retardo de hidratación y arrastre de aire, lo que evita la condensación durante un tiempo predeterminado, mejorando, de este modo, la trabajabilidad del mortero de cemento, evitando la separación de materiales y aumentando la resistencia del mortero endurecido.

El éter de celulosa puede incluir al menos uno seleccionado del grupo que consiste en alquil celulosa, hidroxialquil celulosa, hidroxialquilalquil celulosa e hidroxialquilalquilalquil celulosa. Específicamente, el éter de celulosa puede ser al menos uno seleccionado del grupo que consiste en metil celulosa, hidroxipropilmetil celulosa, hidroxietilmetil celulosa, hidroxietil celulosa y etilhidroxietil celulosa. Más específicamente, el éter de celulosa puede ser hidroxipropilmetil celulosa o hidroxietilmetil celulosa.

Además, la viscosidad de la solución acuosa de éter de celulosa que tiene una concentración del 2 % en peso puede ser de 4 a 100 Pa·s (de 4.000 a 100.000 cPs) a 20 °C y 20 rpm, medida con un viscosímetro Brookfield. Cuando la viscosidad es inferior a 4 Pa·s (4.000 cPs), la retención de agua puede ser deficiente dentro de un intervalo de uso típico. Cuando la viscosidad es superior a 100 Pa·s (100.000 cPs), dado que la viscosidad del mortero es alta, el mortero no es adecuado para el trabajo, por lo que la trabajabilidad del mismo puede verse deteriorada.

Como tal éter de celulosa, se puede usar un producto disponible en el mercado o se puede fabricar el éter de celulosa para su uso. En un método de fabricación del mismo, se puede añadir un polvo de celulosa a un reactor, se puede pulverizar un agente alcalino, tal como soda cáustica, sobre el polvo de celulosa añadido y agitar, se puede añadir, además, al reactor un gas diluyente, tal como dimetil éter, y se puede añadir un agente de eterificación para realizar una reacción, fabricando, de este modo, el éter de celulosa. Por ejemplo, después de añadir al reactor de 0,01 a 3,0 partes en peso del agente de eterificación, basándose en 1 parte en peso del polvo de celulosa, se puede aumentar la temperatura del reactor de 40 a 70 °C para realizar una reacción primaria durante 10 a 60 minutos y, a continuación, aumentarse de 60 a 90 °C para realizar una reacción secundaria durante 10 a 180 minutos, fabricando, por tanto, el éter de celulosa.

El éter de celulosa fabricado se puede lavar con una cantidad suficiente de agua caliente para retirar la sal, secar y pulverizar para usarse como aditivo para mortero de cemento. Además, con el fin de aumentar la turbidez del éter de celulosa, se puede ajustar la cantidad y concentración del agente alcalino y/o del gas de dilución.

El tamaño de partícula promedio del éter de celulosa añadido al aditivo para mortero de cemento puede ser de 30 a 300 µm y preferentemente de 50 a 250 µm. Cuando el tamaño de partícula promedio del éter de celulosa es inferior a 30 µm o superior a 300 µm, debido a la separación del material de las materias primas usadas para otros aditivos y morteros de cemento, se pueden deteriorar las propiedades físicas del producto final.

Además, el contenido del éter de celulosa añadido al aditivo para mortero de cemento puede ser del 65 al 89,3 % en peso y preferentemente del 75 al 85 % en peso, basándose en el peso total del aditivo para mortero de cemento. Cuando el contenido del éter de celulosa es inferior al 65 % en peso, resulta posible que las funciones de los aditivos, tales como la capacidad de retención de agua y el retardo de hidratación, no se expresen suficientemente. Cuando el

contenido es superior al 89,3 % en peso, resulta insuficiente el contenido de la urea y sílice usadas al mezclarse entre sí, lo que puede causar un problema de resistencia al tiempo de apertura inferior en el mortero de cemento.

5 La urea incluye un cristal granular incoloro e inodoro que tiene la fórmula química de $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$. La urea puede tener una alta solubilidad en agua y puede presentar un patrón endotérmico durante la disolución en agua, retardando, de este modo, la hidratación del cemento, que es una reacción exotérmica. Además, la solución de urea resulta difícil de evaporar en comparación con el agua pura, por lo que se reduce la cantidad de agua evaporada en el mortero de cemento, aumentando, de este modo, el tiempo de apertura y la resistencia adhesiva del mortero de cemento.

10 Dado que la urea provoca aglomeración entre las partículas debido a la deliquesencia característica de la misma, la estabilidad durante el almacenamiento a largo plazo no puede dejar de tenerse en cuenta en el proceso de traslado, transporte, reenvasado y suministro a los consumidores después de la fabricación de la misma, por lo que la urea se fabrica para estar presente en forma de pellas o gránulos. Sin embargo, con el fin de obtener el producto final mediante el mezclado del éter de celulosa y la urea en forma de polvo, se requiere pulverizar la urea hasta dar un polvo.

15 La pulverización de la urea resulta posible usando cualquier método conocido sin limitación y el tamaño de la pulverización tampoco está particularmente limitado, pero resulta preferible que el tamaño de partícula promedio de la urea sea de 50 a 250 μm para un mezclado uniforme de los materiales mezclados con el aditivo.

20 Con respecto a la deliquesencia del polvo de urea, la sílice hidrófoba se puede mezclar en una relación de mezclado adecuada para evitar el fenómeno de aglomeración entre los polvos y la sílice hidrófoba se puede añadir al aditivo para mortero de cemento, obteniendo, de este modo, el efecto de mezclado homogéneo.

25 La sílice hidrófoba se puede mezclar con el aditivo para mortero de cemento sin limitación, siempre que el tamaño de partícula promedio de la misma sea adecuado para que la sílice hidrófoba se añada al aditivo para mortero de cemento. Preferentemente, el tamaño de partícula promedio de la misma puede ser de 5 a 10 μm y el área superficial específica medida de acuerdo con la norma ISO 5794-1 puede ser de 80 a 120 $\mu\text{m}^2/\text{g}$ y preferentemente de 90 a 110 m^2/g .

30 La sílice hidrófoba se puede incluir en un contenido del 0,7 al 5 % en peso, basándose en el peso total del aditivo para mortero de cemento. Cuando la sílice hidrófoba se añade en un contenido inferior al 0,7 % en peso, basándose en el peso total del aditivo para mortero de cemento, se puede producir el problema de separación y clasificación de la urea debido a la deliquesencia de la urea. Cuando el contenido es superior al 5 % en peso, debido a la adición de una cantidad excesiva de sílice hidrófoba, se reduce la cantidad del éter de celulosa usado en la relación en peso del mortero de cemento, por lo que se pueden reducir la capacidad de retención de agua y las propiedades adhesivas.

35 Otro aspecto de la presente divulgación proporciona un método de fabricación de un aditivo para mortero de cemento. Además, en el método de fabricación del aditivo para mortero de cemento que se describirá a continuación, se pueden aplicar todos los aditivos descritos anteriormente. Sin embargo, con el fin de evitar comprometer la esencia de la presente divulgación, a continuación, se omitirá una descripción repetitiva.

40 Un método de fabricación de un aditivo para mortero de cemento de acuerdo con una realización de la presente divulgación incluye (a) pulverizar urea para proporcionar polvo de urea y (b) mezclar el polvo de urea con sílice hidrófoba y éter de celulosa.

45 Además, un método de fabricación de un aditivo para mortero de cemento de acuerdo con otra realización de la presente divulgación incluye (i) mezclar urea y sílice hidrófoba para proporcionar una mezcla, (ii) pulverizar la mezcla para obtener un polvo mixto y (iii) mezclar el polvo mixto con éter de celulosa.

50 En el método de fabricación del aditivo para mortero de cemento de acuerdo con la presente divulgación, resulta necesario pulverizar la urea hasta convertirla en polvo para mezclar el éter de celulosa y la urea en forma de polvo para obtener así un producto final. Por lo tanto, en el método de fabricación del aditivo para mortero de cemento de acuerdo con una realización de la presente divulgación, la sílice hidrófoba se puede añadir al polvo de urea pulverizado y, a continuación, mezclarse finalmente con el éter de celulosa, fabricando, por tanto, el aditivo para mortero de cemento. En el método de fabricación del aditivo para mortero de cemento de acuerdo con otra realización de la presente divulgación, la urea y la sílice hidrófoba se pueden pulverizar y, a continuación, el polvo mezclado pulverizado se puede mezclar finalmente con el éter de celulosa, fabricando, por tanto, el aditivo para mortero de cemento.

60 En el método de fabricación del aditivo para mortero de cemento de acuerdo con la presente divulgación, la pulverización de cada etapa se puede realizar usando un pulverizador típico conocido, tal como un molino de corte, un molino de martillos, un molino de púas, un molino de hélices, un molino de rodillos, un molino de bolas o un molino de discos.

Además, la mezcla de cada etapa se puede realizar usando un método de mezclado o aparato de mezclado conocido.

65 El aditivo para mortero de cemento fabricado usando el método anterior se puede añadir al cemento o al agregado para aplicarse a una composición de mortero de cemento. El mortero de cemento puede ser, por ejemplo, un estuco

de cemento, un mortero de cemento para baldosas o un mortero de cemento para extrusión. En la presente memoria descriptiva, la expresión "composición de mortero de cemento" significa que el aditivo, el cemento y el agregado descritos anteriormente se mezclan en estado seco y la expresión "mortero de cemento" significa que la composición de mortero de cemento se mezcla con agua y, a continuación, se amasa.

5 En este caso, a medida que se reduce el espesor del mortero de cemento que se va a construir, se usa una gran cantidad de la composición de aditivo para garantizar la capacidad de retención de agua y el contenido de la composición de aditivo en el mortero de cemento puede ser de 0,1 a 10 partes en peso, basándose en 100 partes en peso del cemento. Cuando el contenido de la composición de aditivo se encuentra dentro del intervalo anterior, se mejora la trabajabilidad y se presenta una capacidad de retención de agua adecuada debido a la entrada de aire, por lo que se garantiza un tiempo de trabajabilidad suficiente y se mejora la resistencia de adhesión a la tracción.

15 Los ejemplos del cemento pueden incluir un cemento hidráulico, tal como cemento Portland, cemento de cenizas volátiles y cemento que contiene aluminio (cemento aluminoso), y también pueden incluir cemento de color, pero sin limitarse a los mismos. Además, si es necesario, junto con el cemento, en el mortero de cemento se pueden usar yeso hemihidratado, cal apagada, carbonato de calcio y/o arcilla.

20 Los ejemplos del agregado pueden incluir arena de río, arena de montaña, arena de sílice o agregados livianos (por ejemplo, perlita). Además, se pueden mezclar emulsiones y/o materiales fibrosos con el mortero de cemento. La cantidad de mezclado del agregado puede ser del 30 al 300 % en peso, basándose en el peso del cemento.

Modo para la divulgación

25 En lo sucesivo en el presente documento, se describirá con detalle la presente divulgación con referencia a los Ejemplos. Sin embargo, los Ejemplos de acuerdo con la presente divulgación se pueden modificar de diversas formas y el alcance de la presente divulgación no se debe interpretar como limitado a los Ejemplos que se describen a continuación. Los Ejemplos de la presente divulgación se proporcionan para describir de manera más completa la presente divulgación a aquellos con conocimientos promedio en la materia.

30 <Ejemplo 1>

35 Se pulverizó urea (tipo pella, Mitsui Chemicals, Inc.) para que tuviera un tamaño de partícula promedio de 85 µm usando un molino de púas. El polvo de urea pulverizado se mezcló con sílice hidrófoba [tamaño de partícula promedio: 7 µm, Sipernat D17, Evonik Industries, área superficial específica (ISO 5797-1) de 110 m²/g] e hidroxietilmetil celulosa [HEMC, tamaño de partícula promedio: 85 µm, 60 Pa·s (60.000 cPs) (Brookfield HA, 20 rpm, 2,0 %, 20 °C), DS1.5, MS0.3, Lotte Fine Chemical] de acuerdo con el contenido de la Tabla 1, fabricando, por tanto, un aditivo para mortero de cemento.

40 <Ejemplos 2 a 4 y Ejemplos comparativos 1 a 4>

Los aditivos para mortero de cemento se fabricaron usando el mismo método que en el Ejemplo 1, con la excepción de que el mezclado se realizó de acuerdo con el contenido de la Tabla 1.

45 En el Ejemplo comparativo 2, se usó sílice hidrófila (Sipernat 622S, Evonik Industries) en lugar de sílice hidrófoba.

<Ejemplos 5 a 7 y Ejemplo comparativo 5>

50 Los aditivos para mortero de cemento se fabricaron usando el mismo método que en el Ejemplo 1, con la excepción de que la urea se añadió junto con la sílice hidrófoba y, a continuación, se pulverizó en lugar de pulverizar la urea sola en el método del Ejemplo 1 y que el mezclado se realizó de acuerdo con el contenido de la Tabla 1.

[Tabla 1]

| Clasificación | Éter de celulosa (% en peso) | Polvo de urea (% en peso) | Sílice hidrófoba (% en peso) | Sílice hidrófila (% en peso) |
|---------------|------------------------------|---------------------------|------------------------------|------------------------------|
| Ejemplo 1 | 84,3 | 15 | 0,7 | - |
| Ejemplo 2 | 84 | 15 | 1 | - |
| Ejemplo 3 | 82 | 15 | 3 | - |
| Ejemplo 4 | 80 | 15 | 5 | - |
| Ejemplo 5 | 69 | 30 | 1 | - |
| Ejemplo 6 | 67 | 30 | 3 | - |

ES 2 974 975 T3

(continuación)

| Clasificación | Éter de celulosa (% en peso) | Polvo de urea (% en peso) | Sílice hidrófoba (% en peso) | Sílice hidrófila (% en peso) |
|-----------------------|------------------------------|---------------------------|------------------------------|------------------------------|
| Ejemplo 7 | 65 | 30 | 5 | - |
| Ejemplo comparativo 1 | 85 | 15 | - | - |
| Ejemplo comparativo 2 | 84 | 15 | - | 1 |
| Ejemplo comparativo 3 | 84,5 | 15 | 0,5 | - |
| Ejemplo comparativo 4 | 79 | 15 | 6 | - |
| Ejemplo comparativo 5 | 69,5 | 30 | 0,5 | - |

[Evaluación de características]

- 5 Con el fin de evaluar las propiedades físicas aplicadas de los aditivos fabricados en los Ejemplos 1 a 7 y los Ejemplos comparativos 1 a 5, se determinaron el tamaño de partícula, el tiempo de apertura visual, la resistencia adhesiva al tiempo de apertura de 20 minutos y la resistencia de adhesión a la tracción del aditivo usando el siguiente método. Todos los materiales y condiciones experimentales, excepto la determinación del tamizado del aditivo en estado de polvo, se evaluaron de acuerdo con la norma KS L ISO13007. El "tiempo de apertura" se refiere al tiempo más largo durante el cual una baldosa es capaz de fijarse a la superficie diana después de aplicar un mortero de cemento para baldosas sobre la superficie diana que se va a trabajar y el criterio para la determinación se basa en si la resistencia de adhesión a la tracción del mortero de cemento para baldosas aplicado cumple con la norma ISO 12004.

(1) Determinación de tamizado del aditivo en estado de polvo

- 15 El tamaño de partícula del polvo se determinó usando un método de tamizado con el fin de confirmar la aglomeración entre las partículas causada por la deliquesencia de la urea en el éter de celulosa mezclado con el polvo de urea pulverizado.

- 20 La determinación se realizó a intervalos de 1 día durante 4 días, al tiempo que el éter de celulosa mezclado con el polvo de urea pulverizado se exponía en condiciones convencionales ($23 \pm 0,5$ °C, 50 ± 5 %, <2 m/s).

- 25 Se hicieron pasar 100 g del éter de celulosa mezclado con el polvo de urea a través de un tamiz de filtración que tenía un tamaño de malla n.º 140 (106 μ m) usando un modelo Haver EML Digital Plus de un vibrador de tamiz de ensayo fabricado por Haver & Boechker Company y se determinó la cantidad de polvo que tenía un tamaño de 106 μ m o menos que quedaba en cada tamiz. La determinación se realizó en una condición del vibrador de tamiz de ensayo que incluía una intensidad de vibración de 1,5 Hz durante 1 minuto.

[Tabla 2]

| Clasificación | Cantidad de polvo que tenía un tamaño de partícula de 106 μ m o menos que se hace pasar a través de una malla n.º 140 (% en peso) | | | |
|-----------------------|---|-------------|------------|------------|
| | Primer día | Segundo día | Tercer día | Cuarto día |
| Ejemplo 1 | 67,01 | 48,52 | 47,16 | 46,89 |
| Ejemplo 2 | 66,36 | 52,65 | 53,82 | 51,59 |
| Ejemplo 3 | 67,52 | 59,23 | 58,84 | 56,42 |
| Ejemplo 4 | 68,11 | 64,48 | 64,82 | 65,13 |
| Ejemplo 5 | 67,82 | 50,56 | 51,86 | 50,26 |
| Ejemplo 6 | 67,15 | 58,24 | 57,48 | 55,49 |
| Ejemplo 7 | 66,92 | 63,89 | 63,53 | 61,12 |
| Ejemplo comparativo 1 | 66,04 | 33,42 | 34,03 | 33,83 |
| Ejemplo comparativo 2 | 65,75 | 39,04 | 36,87 | 35,23 |

(continuación)

| Clasificación | Cantidad de polvo que tenía un tamaño de partícula de 106 µm o menos que se hace pasar a través de una malla n.º 140 (% en peso) | | | |
|-----------------------|--|-------------|------------|------------|
| | Primer día | Segundo día | Tercer día | Cuarto día |
| Ejemplo comparativo 3 | 67,80 | 38,87 | 37,91 | 36,31 |
| Ejemplo comparativo 4 | 68,27 | 66,84 | 66,10 | 65,83 |
| Ejemplo comparativo 5 | 66,10 | 35,42 | 35,81 | 34,20 |

5 Tal como se muestra en la tabla 2, tanto en los Ejemplos como en los Ejemplos comparativos, las cantidades de polvos que se hicieron pasar a través de la malla n.º 140 fueron similares entre sí el primer día. Sin embargo, en todos los Ejemplos comparativos, a excepción del Ejemplo comparativo 4 que contenía el 6 % en peso de sílice hidrófoba, la cantidad del polvo que se hizo pasar a través de la malla n.º 140 el segundo día descendió hasta aproximadamente el 30 % en peso, provocando un rápido fenómeno de aglomeración. Por el contrario, en todos los Ejemplos, la cantidad del polvo que se hizo pasar a través de la malla n.º 140 se mantuvo en el 45 % en peso o más hasta el cuarto día; por consiguiente, se puede confirmar que, a pesar de la delicuescencia del polvo de urea, el fenómeno de aglomeración del aditivo se supera en gran medida cuando la sílice hidrófoba se incluye en una cantidad predeterminada o mayor.

(2) Fabricación de composición de mortero de cemento

2-1: Fabricación de mortero de cemento para baldosas preliminar

15 El 35 % en peso de un cemento (producto fabricado por la empresa Sampyo Cement, cemento Portland, KS L 5201, tipo 1), el 31,5 % en peso de arena de sílice n.º 6 (tamaño de partícula de 600 µm o menos, tamaño de partícula promedio de 300 µm), el 31,5 % en peso de arena de sílice n.º 7 (tamaño de partícula de 250 µm o menos, tamaño de partícula promedio de 150 µm) y el 2,0 % en peso de una resina de polvo de reemulsificación (Wacker Vinapas 5044N) se mezclaron entre sí, fabricando, por tanto, 1 kg de un mortero de cemento para baldosas preliminar que no contenía el aditivo fabricado en los Ejemplos y los Ejemplos comparativos.

2-2: Fabricación de pasta de mortero

25 Después de mezclar 100 partes en peso del mortero de cemento preliminar del punto 2-1 con 0,3 partes en peso del aditivo fabricado en los Ejemplos y los Ejemplos comparativos, se añadió agua a las mismas, de modo que la viscosidad Brookfield del mortero de cemento para baldosas fuera de 500 ± 50 Pa·s (500 ± 50 kcps), seguido del amasado.

30 (3) Determinación del tiempo de fijación

Tiempo de apertura visual

35 El mortero de cemento para baldosas fabricado en el punto (2) se aplicó sobre una base de hormigón y, a continuación, se dejó en condiciones de temperatura y humedad que incluían $23 \pm 0,5$ °C, 50 ± 5 % y <2 m/s a intervalos de 5 minutos durante 40 minutos, se fijó a la misma una baldosa cerámica y se aplicó una presión de $19,6$ KN/m² durante 30 segundos. El tiempo más largo, durante el cual la cantidad de adhesión del mortero de cemento para baldosas era capaz de mantenerse en el 50 % o más del área cuando se retiraba la baldosa cerámica, se determinó como el tiempo de apertura visual y el tiempo determinado se muestra en la Tabla 3.

40

(4) Determinación de la resistencia adhesiva

4-1: Resistencia adhesiva al tiempo de apertura de 20 minutos

45 Se formaron cavidades en el mortero de cemento para baldosas amasado usando una llana cóncavo-convexa (tamaño de hoja de sierra de 6 m × 6 m) sobre una placa de hormigón que tenía un área de 40 cm × 40 cm. Después de dejarla durante 20 minutos, una baldosa cerámica que tenía un tamaño de 5 cm × 5 cm (tasa de absorción: 15 ± 3 %) se fijó a la misma, las muestras fabricadas se dejaron reposar durante 28 días en condiciones convencionales [temperatura (23 ± 2) °C y humedad relativa (50 ± 5) %]. Después del curado, la resistencia adhesiva de un adhesivo para baldosas se determinó con un aumento a una velocidad de tracción constante de 250 ± 50 N/s usando un dispositivo de ensayo de resistencia adhesiva. Se calcularon las resistencias promedio restantes, excluyendo los valores que exceden ± 20 % de la desviación típica de las resistencias promedio determinadas, y se muestran en la Tabla 3.

50

4-2: Resistencia de adhesión a la tracción

55

El curado de la muestra y la medición para la determinación de la resistencia adhesiva se realizaron de acuerdo con

la norma KS L ISO 13007. Con el fin de evaluar todas las resistencias adhesivas, se formaron cavidades usando una llana cóncavo-convexa (tamaño de hoja de sierra de 6 m × 6 m) sobre una placa de hormigón que tenía un área de 40 cm × 40 cm. Después de dejarla durante 5 minutos, una baldosa cerámica que tenía un tamaño de 5 cm × 5 cm (tasa de absorción: 0,2 % o menos) se fijó a la misma y se dejaron reposar las muestras fabricadas durante 28 días en condiciones convencionales [temperatura (23 ± 2) °C y humedad relativa (50 ± 5) %]. Después del curado, la resistencia adhesiva de un adhesivo para baldosas se determinó con un aumento a una velocidad de tracción constante de 250 ± 50 N/s usando un dispositivo de ensayo de resistencia adhesiva. Se calcularon las resistencias promedio restantes, excluyendo los valores que exceden ±20 % de la desviación típica de las resistencias promedio determinadas, y se muestran en la Tabla 3.

[Tabla 3]

| Clasificación | Cantidad de mezclado de aditivo (% en peso) | Resultados de la determinación de las propiedades físicas del mortero de cemento | | | | | |
|-----------------------|---|--|------------------|------------------|----------------------------------|---|--|
| | Éter de celulosa | Polvo de urea | Sílice hidrófoba | Sílice hidrófila | Tiempo de apertura visual (min.) | Resistencia adhesiva al tiempo de apertura de 20 minutos (N/mm ²) | Resistencia de adhesión a la tracción (N/mm ²) |
| Ejemplo 1 | 84,3 | 15 | 0,7 | - | 20 | 0,75 | 1,51 |
| Ejemplo 2 | 84 | 15 | 1 | - | 20 | 0,73 | 1,30 |
| Ejemplo 3 | 82 | 15 | 3 | - | 20 | 0,71 | 1,43 |
| Ejemplo 4 | 80 | 15 | 5 | - | 20 | 0,74 | 1,40 |
| Ejemplo 5 | 69 | 30 | 1 | - | 25 | 0,87 | 1,32 |
| Ejemplo 6 | 67 | 30 | 3 | - | 25 | 0,85 | 1,32 |
| Ejemplo 7 | 65 | 30 | 5 | - | 25 | 0,82 | 1,30 |
| Ejemplo comparativo 1 | 85 | 15 | - | - | 20 | 0,75 | 1,52 |
| Ejemplo comparativo 2 | 84 | 15 | - | 1 | 20 | 0,72 | 1,49 |
| Ejemplo comparativo 3 | 84,5 | 15 | 0,5 | - | 15 | 0,74 | 1,51 |
| Ejemplo comparativo 4 | 79 | 15 | 6 | - | 15 | 0,76 | 1,35 |
| Ejemplo comparativo 5 | 69,5 | 30 | 0,5 | - | 25 | 0,88 | 0,88 |

Tal como se muestra en la tabla 3, cuando se aumenta el contenido del polvo de urea, se aumentan el tiempo de apertura visual y la resistencia adhesiva al tiempo de apertura de 20 minutos y la resistencia de adhesión a la tracción tiende a reducirse. En los Ejemplos 1 a 4, se puede confirmar que, incluso cuando se incluye sílice hidrófoba, no hay diferencia en las propiedades físicas, en comparación con el caso en el que no se incluye sílice (Ejemplo comparativo 1).

Con el fin de comparar los cambios en las propiedades físicas dependiendo del contenido de sílice hidrófoba, se realizó un experimento en los Ejemplos comparativos 3 a 5. El Ejemplo comparativo 3, donde el contenido de sílice hidrófoba era inferior al 0,7 % en peso, mostró que el tiempo de apertura visual se redujo en aproximadamente el 25 % de 20 minutos a 15 minutos. En el Ejemplo comparativo 5, la resistencia de adhesión a la tracción también fue baja. Además, en el Ejemplo comparativo 4, donde el contenido de sílice hidrófoba era mayor del 5 % en peso, el tiempo de apertura visual y la resistencia de adhesión a la tracción tendieron a reducirse, indicando que existe un intervalo adecuado del contenido de la sílice hidrófoba.

Por lo tanto, la sílice hidrófoba se puede añadir al aditivo para mortero de cemento de acuerdo con la presente divulgación, resolviendo, por tanto, el fenómeno de aglomeración de aditivos provocado por la deliquesencia de la urea, incluso cuando se incluye polvo de urea en el mismo. Además, se pudo confirmar que la degradación de las propiedades físicas del mortero de cemento es susceptible de prevenirse dependiendo del contenido de la sílice hidrófoba usada con el fin de usar una cantidad adecuada de urea.

5

REIVINDICACIONES

1. Un aditivo para mortero de cemento, que comprende:
 - 5 éter de celulosa; polvo de urea; y sílice hidrófoba,
en donde el contenido del éter de celulosa es del 65 al 89,3 % en peso, el contenido del polvo de urea es del 10 al 30 % en peso y el contenido de la sílice hidrófoba es del 0,7 al 5 % en peso.
2. Un método de fabricación de un aditivo para mortero de cemento que contiene polvo de urea, comprendiendo el
10 método:
 - (a) pulverizar urea para proporcionar el polvo de urea; y
 - (b) mezclar el polvo de urea con sílice hidrófoba y éter de celulosa
- 15 en donde el aditivo para mortero de cemento incluye del 65 al 89,3 % en peso del éter de celulosa, del 10 al 30 % en peso de la urea y del 0,7 al 5 % en peso de la sílice hidrófoba.
3. Un método de fabricación de un aditivo para mortero de cemento que contiene polvo de urea, comprendiendo el
20 método:
 - (i) mezclar urea y sílice hidrófoba para proporcionar una mezcla;
 - (ii) pulverizar la mezcla para obtener un polvo mixto; y
 - (iii) mezclar el polvo mixto con éter de celulosa,
- 25 en donde el aditivo para mortero de cemento incluye del 65 al 89,3 % en peso del éter de celulosa, del 10 al 30 % en peso de la urea y del 0,7 al 5 % en peso de la sílice hidrófoba.

FIG. 1

