



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112013007313-6 B1



(22) Data do Depósito: 12/09/2011

(45) Data de Concessão: 10/03/2020

(54) Título: COMPOSIÇÃO ADITIVA DE MOAGEM DE CIMENTO E MÉTODOS PARA FABRICAR UM CIMENTO

(51) Int.Cl.: C04B 40/00.

(30) Prioridade Unionista: 27/09/2010 US 61/386,621.

(73) Titular(es): GCP APPLIED TECHNOLOGIES INC..

(72) Inventor(es): LESLIE A. JARDINE; JOSEPHINE H. CHEUNG.

(86) Pedido PCT: PCT US2011051170 de 12/09/2011

(87) Publicação PCT: WO 2012/047450 de 12/04/2012

(85) Data do Início da Fase Nacional: 27/03/2013

(57) Resumo: COMPOSIÇÃO ADITIVA DE MOAGEM DE CIMENTO DE DILUIÇÃO ESTÁVEL. A presente invenção proporciona composições aditivas de moagem de cimento e métodos que permitem um antiespumante poderoso e robusto para ser uniformemente dispersado ao longo de uma ampla faixa de concentração enquanto retêm uma estabilidade de armazenamento mesmo em casos onde o antiespumante é altamente diluído. As composições aditivas de moagem de cimento exemplares compreendem pelo menos um aditivo de moagem de cimento amina; um antiespumante tri-iso-butifosfato; uma goma de biopolímero polissacarídeo selecionada a partir de um grupo compreendendo diutan, Whelan, Xantana, ou misturas dos mesmos; e água na quantidade de 0,10 a 95,0 por cento com base no peso total da composição. Os métodos para a fabricações aditivas de moagem de cimento também são descritas.

“COMPOSIÇÃO ADITIVA DE MOAGEM DE CIMENTO E MÉTODOS PARA FABRICAR UM CIMENTO”

Campo da Invenção

[001]Esta invenção refere-se a aditivos para a fabricação de cimento, e mais particularmente a uma composição aditiva de cimento que pode ser formulada usando matérias-primas diluentes, antes ou depois do transporte para a instalação de fabricação da moagem de cimento, sem a tendência de desestabilizar o antiespumante.

Antecedentes da Invenção

[002]É conhecido usar um “tanque dia” nas instalações de moagem de cimento onde o clínquer de cimento é moído em um produto de cimento terminado. Os então chamados tanques dia são contêineres nos quais o fabricante de cimento adiciona água com o propósito de dispersar o aditivo de moagem ou talvez para aumentar sua bombeabilidade.

[003]Os presentes inventores descobriram que a prática de diluir os aditivos de moagem de cimento pode criar problemas em circunstâncias onde um pacote de antiespumante desejado, contido dentro da formulação de aditivo de moagem, torna-se desestabilizado e tende a separar quando a concentração total de sólidos da formulação cai abaixo de oitenta por cento (80%).

Os presentes inventores desejaram empregar um tri-iso-butilfosfato (“TIBP”) como um agente de destreinamento de ar (ou “antiespumante”) devido à disponibilidade comercial recente e devido ao que se tem descoberto é a sua relativa melhor capacidade, comparado com seu análogo tri-n-butilfosfato (“TNBP”), para resistir a degradação estrutural causada pelas temperaturas do moinho de cimento áspero e o próprio processo de moagem mecânico.

[004]Entretanto, o uso de antiespumantes poderosos, tais como TIBP, torna difícil obter uma distribuição uniforme em todo o aditivo de cimento o cimento resultante, particularmente quando o conteúdo total de sólidos da composição aditiva de cimento cai abaixo de 80%, e especialmente quando as concentrações devem ser

minuciosas. Desse modo, uma nova composição e uso de um aditivo de cimento tendo um pacote de antiespumante poderoso com característica de diluição estável são necessários.

Sumário da Invenção

[005]A presente invenção proporciona uma composição aditiva de cimento de armazenagem estável onde as pequenas concentrações de um poderoso antiespumante é uniformemente dispersado em toda a composição, assim como um método para destreinar o ar no cimento usando a composição aditiva de cimento.

[006]Uma composição aditiva de moagem de cimento exemplar da presente invenção compreende: (a) pelo menos um aditivo de moagem de cimento amina compreendendo triisopropanolamina, dietanolisopropanolamina, diisopropanoletanolamina, tetrahidroxietililenodiamina, tetrahidroxiisopropililenodiamina, trietanolamina, metildietanolamina, dietanolamina, ou misturas dos mesmos; (b) tri-iso-butilfosfato ($O=P[OCH_2CH(CH_3)_2]_3$); (c) uma goma de biopolímero polissacarídeo compreendendo Diutan, Welan, Xantana, ou misturas dos mesmos (e mais preferencialmente, Diutan e Welan); e (d) água em uma quantidade de 0,10 a 95,0 por cento com base no peso total da composição aditiva de moagem de cimento, por onde o tri-iso-butilfosfato é uniformemente disperso em toda a composição aditiva de cimento.

[007]Um método exemplar da presente invenção para a fabricação de cimento compreende: introduzir um clínquer de cimento antes ou durante a moagem do mesmo para produzir um cimento hidratável, a composição aditiva de cimento acima mencionada.

[008]Uma vantagem primária da invenção é que as composições aditivas de moagem de cimento podem ter um conteúdo de água mais abrangente (0,10% a 95,0%); isto significa que os fabricantes de cimento podem usar o produto aditivo na forma concentrada ou de outra maneira em uma forma altamente diluída como descrito nos antecedentes sem desestabilizar o sistema antiespumante de aditivo de cimento TIBP.

[009]Outras modalidades da invenção são descritas em mais detalhes a seguir.

Descrição Detalhada das Modalidades Exemplares

[0010]As composições aditivas de cimento e os métodos da presente invenção podem ser usados com ou em moinhos convencionais, tais como moinhos de bolas (ou moinhos de tubos). Os presentes inventores também acreditam que podem ser aplicados em moinhos empregando rolos (por exemplo, rolos verticais, rolos nas mesas, etc.). Veja exemplo, US Patent 6,213,415 de Cheung. Acredita-se que as composições aditivas de moagem de cimento resistem às temperaturas de moagem que pode ser na faixa de 50 a 150 graus Celsius.

[0011]O termo “cimento” como usado aqui inclui um cimento Portland hidratável que é produzido pulverizando o clínquer consistindo de um silicato de cálcio hidráulico e uma ou mais formas de sulfato de cálcio (por exemplo, gipsita) como um aditivo no solo. O termo “cimentício” como usado aqui se refere a materiais que compreendem um cimento Portland ou que de outra maneira funcionam como um ligante para segurar junto os agregados finos (por exemplo, areia), agregados grossos (por exemplo, brita), ou misturas dos mesmos.

[0012]Incluído na definição de cimento e materiais cimentícios, e geralmente referidos como materiais cimentícios suplementares, estão cinzas, escória de fornalha explosão granulada, calcário, pozolana natural, ou misturas dos mesmos. Tipicamente, o cimento Portland é combinado com um ou mais materiais cimentícios, tais como os materiais cimentícios suplementares acima mencionados, e proporcionados como um misturador. A composição aditiva de cimento e o método da presente invenção, entretanto, podem ser usados separadamente para moer o cimento Portland, ou qualquer um dos outros materiais cimentícios, independentemente ou em qualquer combinação.

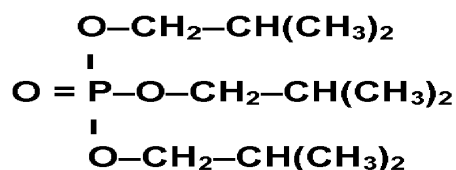
[0013]O termo “hidratável” como usado aqui pretende referir-se a um cimento e/ou a materiais cimentícios que são endurecidos por uma interação química com água. O clínquer de cimento Portland é uma massa parcialmente fundida primária-

mente composta de silicatos de cálcio hidratáveis. Os silicatos de cálcio são essencialmente uma mistura de silicato tricálcio ($3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ “C₃S” na notação química de cimento) e silicato dicálcio ($2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$, “C₂S”) em que o primeiro é a forma dominante, com quantidades menores de aluminato tricálcio ($3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$, “C₃A”) e aluminoferritetetracálcio ($4\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$, “C₄AF”). Veja exemplo, Dodson, Vance H., Concrete Admixtures (Van Nostrand Reinhold, Nova Iorque NY 1990), página 1.

[0014]Como descrito na seção de sumário acima, a composição aditiva de moagem de cimento e os métodos da invenção envolvem o uso dos seguintes componentes.

[0015]As composições aditivas de moagem exemplares e os métodos da invenção contêm pelo menos um aditivo de moagem de cimento amina que compreende um triisopropanolamina, dietanolisopropanolamina, diisopropanoletanolamina, tetrahidroxi-etiletilenodiamina, tetrahidroxiisopropiletilenodiamina, trietanolamina, metildietanolamina, dietanolamina, ou misturas dos mesmos. Destes, o triisopropanolamina (TIPA) é preferido. O uso de TIPA deve ser na quantidade de até 0,2% com base no peso do clínquer de cimento, e é preferencialmente usado em combinação com trietanolamina (TEA), como descrito na European Patent No. 0 415 799 B1, pertencente ao cessionário comum do mesmo. Outra combinação preferida é o tetrahidroxi-etiletilenodiamina (THEED) com TEA como divulgado na US Patent 7,160,384, também pertencente ao cessionário comum do mesmo. Um ou mais aditivos de moagem de cimento amina podem estar presentes em uma quantidade de 1,0 a 99,0 por cento com base no peso total da composição aditiva de moagem de cimento.

[0016]As composições de moagem de cimento exemplares e os métodos da invenção também envolvem o uso de tri-iso-butilfosfato (TIBP) que pode ser representado pela fórmula estrutural



[0017] Preferencialmente, o TIBP está presente em uma quantidade de 0,05 a 5,0 por cento, e mais preferencialmente na faixa de 0,4% a 3,0%, com base no peso total da composição aditiva de moagem de cimento. Na maioria das composições aditivas de moagem de cimento preferidas e nos métodos da invenção, a proporção de peso do componente aditivo de moagem de cimento amina para o componente antiespumante TIBP é de 100:2 a 100:10 com base no peso dos sólidos secos; e a mais preferida, a proporção de peso é de 100:5 a 100:10.

[0018] Em outras composições aditivas de moagem de cimento exemplares e dos métodos da invenção, o TIBP pode ser usado opcionalmente com aditivos de moagem de cimento glicol tais como dietileno glicol (DEG) e monoetileno glicol (MEG). Os inventores acreditam que o DEG e o MEG podem proporcionar alguns aprimoramentos de resistência quando combinados com o TIBP usado como um agente antiespumante (destreinamento de ar) e que tais glicóis podem ser usados em quantidades convencionais como conhecido na arte. Por isso, as composições aditivas de moagem de cimento exemplares e os métodos da invenção ainda compreendem pelo menos um componente aditivo de moagem de cimento glicol.

[0019] As composições aditivas de moagem de cimento exemplares e os métodos da invenção ainda envolvem o uso de um biopolímero polissacarídeo selecionado a partir de um grupo consistindo de goma Diutan (S-657), goma Welan, e goma Xantana. Diutan e Welan são mais preferidas, e Diutan ainda mais preferida. O biopolímero polissacarídeo é preferencialmente usado em uma quantidade de 0,01 a 1,0 por cento, e mais preferencialmente de 0,1 por cento a 0,3 por cento, com base no peso total da composição aditiva de moagem de cimento.

[0020] Finalmente, as composições exemplares e os métodos da invenção ainda envolvem o uso de água, que pode estar presente em uma quantidade de 0,10 a 95,0 por cento, e mais preferencialmente de 20,0 a 60,0 por cento, com base no peso total da composição aditiva de moagem de cimento. Isto significa que a invenção cobre as formas concentradas onde a composição aditiva de moagem de cimento está quase livre de água, de forma que não permitiria a solubilização ou solubili-

zação completa da goma, de forma que o produto possa ser enviado para o cliente fabricante de cimento com uma baixa viscosidade. O cliente (fabricante de cimento) pode subsequentemente adicionar água para diluir o produto em “tanques dia” no qual o ponto da formulação aditiva de cimento permaneceria estável.

[0021] Preferencialmente, a viscosidade das composições aditivas de moagem de cimento exemplares da invenção deve ser de 50-5000 centipoise (“cp”), e mais preferencialmente na faixa de 100-3000 cp, como medido a 20 graus Celsius (viscosímetro Brookfield, eixo 27,3 rpm).

[0022] As composições aditivas de moagem de cimento preferidas da invenção devem ter uma estabilidade de armazenamento, ou capacidade de resistir à separação física dos componentes. Por exemplo, se colocado em um recipiente tal como um copo de vidro, um tubo de ensaio de vidro, ou mais preferencialmente um funil de separação, as composições aditivas de moagem de cimento exemplares da invenção devem exibir uma homogeneidade ou uniformidade de dispersão de TIBP dentro de um volume total da composição onde as concentrações médias de TIBP entre o topo e o fundo um terço de fração do recipiente não deveriam diferenciar mais do que 20%; mais preferencialmente não devem diferenciar mais do que 10%; e mais ainda preferencialmente, não devem diferenciar mais do que 5%, quando armazenado a 100 graus Fahrenheit por 10 dias. A concentração de TIBP pode ser confirmada usando métodos de teste padrão (por exemplo, cromatografia líquida de alto desempenho).

[0023] É contemplado que certos componentes aditivos de moagem convencionais podem ser incorporados nas composições aditivas de moagem de cimento exemplares da presente invenção. Além dos glicóis que foram anteriormente mencionados acima, outras composições exemplares da invenção podem incluir um ácido acético ou acetato, sais (por exemplo, cloreto de sódio, cloreto de cálcio, nitrito de cálcio, nitrato de cálcio, gluconato de sódio), e açúcares (por exemplo, xarope de milho, melão, ácido cítrico, sacarose), todos os quais podem ser usados em porcentagens como conhecido pelos peritos na arte.

[0024]Como resumido acima, o método exemplar da presente invenção para a fabricação de cimento compreende introduzir um clínquer de cimento, a composição aditiva de cimento estável de armazenamento acima mencionada compreendendo (a) pelo menos um aditivo de moagem de cimento amina compreendendo triisopropanolamina, dietanolisopropanolamina, diisopropanol-etanolamina, tetrahidroxietil-etilenodiamina, tetrahidroxiisopropil-etilenodiamina, trietanolamina, metildietanolamina, dietanolamina ou misturas dos mesmos; (b) tri-iso-butilfosfato; (c) uma goma de biopolímero polissacarídeo selecionada a partir de um grupo consistindo em Diutan, Welan e Xantana; e (d) água, os componentes de (a) a (d) estando presentes de acordo com as médias descritas acima, onde o tri-iso-butilfosfato é uniformemente disperso em toda a composição aditiva de moagem de cimento.

Espera-se que os cimentos produzidos pelos processos exemplares da invenção reduzam o conteúdo de ar, quando a água é adicionada para hidratar o cimento, em comparação ao clínquer de cimento que tem sido moído na mesma quantidade (para a mesma extensão) e que tem a mesma quantidade de aditivo amina, mas sem a presença de TIBP.

[0025]Enquanto a invenção é descrita aqui usando um número limitado de modalidades, estas modalidades específicas não pretendem limitar o escopo da invenção como de outra maneira descrito e reivindicado aqui. As modificações e variações a partir das modalidades existentes descritas. Mais especificamente, os seguintes exemplos são dados como uma ilustração específica das modalidades da invenção reivindicada. Deve ser entendido que a invenção não está limitada aos detalhes específicos estabelecidos nos exemplos. Todas as partes e porcentagens nos exemplos, assim como no restante da especificação, são por porcentagem de peso a menos que do contrário especificado.

[0026]Ainda, qualquer média de números recitados na especificação ou reivindicações, tais como aqueles representando um conjunto particular de propriedades, unidades de medida, condições, estados físicos ou porcentagens, pretendem incorporar literalmente expressamente aqui por referência ou de outra maneira,

qualquer número abrangendo tais médias, incluindo qualquer subconjunto de números dentro de qualquer faixa então recitada. Por exemplo, sempre que uma faixa numérica com um limite inferior, RL, e um limite superior RU, é divulgado, qualquer número R abrangendo a faixa é especificamente divulgado. Em particular, os seguintes números R dentro da média são especificamente divulgados: $R = RL + k*(RU - RL)$, onde k é uma variável em média de 1% a 100% com um incremento de 1%, por exemplo, k é 1%, 2%, 3%, 4%, 5% ... 50%, 51%, 52% ... 95%, 96%, 97%, 98%, 99% ou 100%. Além disso, qualquer média numérica representada por quaisquer dois valores de R, como calculado acima, também é especificamente divulgado.

Exemplo 1

As seguintes composições aditivas de moagem de cimento foram feitas de acordo com as seguintes formulações, todas as porcentagens sendo com base no peso total da composição.

[0027]Formulação da Amostra #5840-80A: Triisopropanolamina (85% solução) (doravante "TIPA85") (42,4%); água (42,9%); e ácido acético (14,7%).

[0028]Formulação da Amostra #5840-81A: TIPA85 (42,1%); Tri-isobutilfosfato (doravante "TIBP")(1,8%); goma Diutan (0,25%); água (41,1%); e ácido acético (14,7%).

[0029]Formulação da Amostra #5840-81B: TIPA85 (42,1%); TIBP (1,8%); goma Diutan (0,1%); água (41,1%); e ácido acético (14,7%).

[0030]Formulação da Amostra #5840-81C: TIPA85 (42,4%); TIBP (1,8%); água (41,1%); e ácido acético (14,7%).

[0031]As amostras das formulações acima mencionadas 5840-81A, 5840-81B, 5840-81C foram armazenadas em funis de separação por 3 dias a 108 graus Fahrenheit em uma tentativa de acelerar a separação do TIBP dentro das amostras. As amostras foram então cada uma dividida em terços, isolando um terço de fração do fundo, um terço de fração do meio, e um terço de fração do topo do material no funil de separação.

[0032]As nove frações de um terço isoladas (para as amostras de formula-

ção 5840-81A, 5840-81B, e 5840-81C) foram então avaliadas para o conteúdo TIBP usando uma cromatografia líquida de alto desempenho (HPLC). As condições HPLC incluíram o uso de colunas XTERRA™(4,6 x. 250 mm parte no. 186000496); fase móvel: metano/água = 80/20; taxa de fluxo 0,8 ml por minuto., Detetor: RI, Sensibilidade 16, Fator de Escala 20).

[0033]Frações não separadas (“retenções”) de cada uma das amostras de formulação 5840-81A, 5840-81B, e 5840-81C também foram testadas para referência. Para as formulações 5840-81A e 58440-81B, contendo 0,25% e 0,1% de goma Diutan, respectivamente, o conteúdo TIBP foi muito próximo do esperado 1,08%, indicando nenhum material de separação.

[0034]Para a formulação 5840-81C, entretanto, quase nenhum TIBP foi detectado em um terço das frações de fundo e do meio da amostra. Todos os TIBP foram encontrados em um terço de fração do topo, sugerindo que o TIBP separou e flutuou para o topo da composição. O valor detectado de 14% na fração de amostra do topo e 5,3% nas frações de retenção não separadas foram maiores do que o esperado. Na amostra da formulação que não contém a goma de biopolímero, o TIBP separou imediatamente dos outros ingredientes, tornando impossível uma amostragem homogênea. Destes desvios dos valores esperados de 5,2% e 1,8%, respectivamente, foram provavelmente devido a amostragem do material não homogêneo.

[0035]Os resultados estão resumidos na Tabela 1 abaixo.

Tabela 1

	TIBP esperado na fórmula (%)	TIBP detectado na amostra (%) – 3 dias
Formulação 5840-81A (0,25% Goma Diutan, 1,8% TIBP)	1,8	2,1
Fração do topo	1,8	1,8
Fração do meio	1,8	1,9
Fração do fundo	1,8	1,9
Formulação 5840-81B (0,1%	1,8	2,1

Goma Diutan, 1,8% TIBP)		
Fração do topo	1,8	1,8
Fração do meio	1,8	2,0
Fração do fundo	1,8	2,0
Formulação 5840-81A (nenhuma Goma Diutan, 1,8% TIBP)	1,8	5,3
Fração do topo	1,8	14,0
Fração do meio	1,8	0,1
Fração do fundo	1,8	0,1

Exemplo 2

[0036]Várias das formulações estabelecidas foram avaliadas por seu efeito de arrastamento de ar na argamassa de cimento preparada de acordo com ASTM C185-02.

[0037]Um cimento Portland ordinário foi usado. Cada aditivo foi adicionado a 0,04% com base no peso do cimento. O ar foi eficazmente controlado, em todas as amostras de formulação que continham o antiespumante com a goma de biopolímero polissacarídeo, para um nível a ou abaixo do nível da amostra de argamassa de referência que foi preparada sem aditivo. A fração do fundo da Amostra de Formulação 5840-81C, a partir da qual o antiespumante foi separado (flutuando para um terço de fração do topo) demonstrou um conteúdo de ar tão alto quanto a amostra de formulação sem o antiespumante.

[0038]Os resultados estão resumidos na Tabela 2 abaixo.

Tabela 2

	TIBP es- perado na fórmula (%)	TIBP detectado na amostra (%) – 3 dias	Ar % por 3 – dias de amostras
Argamassa preparada sem aditivo			9,0

Formulação 5840-80A (nenhum antiespumante, nenhuma Goma)	0	0,0	10,2
Formulação 5840-81C Fração do topo	1,8	14,0	8,6
Formulação 5840-81C Fração do fundo	1,8	0,1	10,1
Formulação 5840-81A Fração do topo	1,8	1,8	8,8
Formulação 5840-81A Fração do fundo	1,8	1,9	7,7
Formulação 5840-81B Fração do topo	1,8	1,8	7,4
Formulação 5840-81B Fração do fundo	1,8	2,0	8,6

Exemplo 3

[0039]As seguintes composições aditivas de moagem de cimento foram feitas de acordo com as seguintes formulações, todas as porcentagens sendo com base no peso total da composição.

[0040]Formulação da Amostra #5840-88A: TIPA85 (42,4%); água (42,9%); e ácido acético (14,7%).

[0041]Formulação da Amostra #5840-88A: TIPA85 (42,1%); Tri-isobutilfosfato (doravante "TIBP") (1,8%); goma Diutan (0,25%); água (41,1%); e ácido acético (14,7%).

[0042]Formulação da Amostra #5840-81B: TIPA85 (42,4%); Tri-isobutilfosfato (doravante "TIBP") (1,8%); goma Welan (0,1%); água (40,9%); e ácido acético (14,8%).

[0043]Formulação da Amostra #5840-88C: TIPA85 (42,4%); Tri-isobutilfosfato (doravante "TIBP") (1,8%); goma Welan (0,17%); água (40,9%); e ácido acético (14,8%).

[0044]As amostras das formulações 5840-88B e 5840-88C foram armazenadas em funis de separação por 11 dias a 120 graus Fahrenheit para ver se a separação poderia ocorrer. Cada uma das amostras de formulação foi dividida em três frações, isolando um terço de fração do fundo, um terço de fração do meio, e um terço de fração do topo do material nos funis. As seis frações de um terço isoladas foram avaliadas para o conteúdo TIBP por HPLC. Enquanto o nível de TIBP medido foi levemente abaixo do nível esperado, as frações do topo, do meio e do fundo tiveram níveis comparáveis de TIBP. Todos os valores são uma variação de dois valores de medidas para cada amostra. O desvio padrão agrupado foi de 0,037% TIBP, com 6 graus de liberdade. Os valores medidos podem variar dos valores esperados.

[0045]Os resultados estão resumidos na Tabela 3 abaixo.

Tabela 3

	TIBP esperado na fórmula (%)	TIBP detectado na amostra (%) – 11 dias
Formulação 5840-88B (0,1% Goma Welan, 1,8% TIBP)	1,8	
Fração do topo	1,8	1,72
Fração do meio	1,8	1,70
Fração do fundo	1,8	1,69
Formulação 5840-88C (0,17% Goma Welan, 1,8% TIBP)		
Fração do topo	1,8	1,72
Fração do meio	1,8	1,71
Fração do fundo	1,8	1,73

Exemplo 4

[0046]Novamente, várias destas amostras também foram avaliadas para sua eficácia no arrastamento de ar na argamassa de cimento preparada de acordo com ASTM C185-02. Um cimento Portland ordinário foi usado. Cada aditivo foi adiciona-

do a 0,04% com base no peso do cimento. O ar foi eficazmente controlado para uma quantidade abaixo ou no nível da argamassa de referência que foi preparada sem aditivo.

[0047]Os resultados estão resumidos na Tabela 4.

Tabela 4

	TIBP esperado na fórmula (%)	TIBP detectado na amostra (%) – 11 dias	Ar % por 11 – dias de amostras
Argamassa preparada sem aditivo			8,2
Amostra de Formulação 5840-88A (nenhum antiespumante, nenhuma Goma Diutan)	0		9,5
5840-88B Fração do topo	1,8	1,72	7,8
5840-88B Fração do meio	1,8	1,70	7,2
5840-88B Fração do fundo	1,8	1,69	7,4
5840-88C Fração do topo	1,8	1,72	7,0
5840-88C Fração do meio	1,8	1,71	6,4
5840-88C Fração do fundo	1,8	1,73	7,5

Exemplo 5

[0048]Outras amostras da formulação foram preparadas. Em uma a goma Xantana foi usada (amostra de formulação 5840-78G). Em outra a goma Diutan foi

usada (amostra de formulação 5840-78E). Ambas as formulações foram armazenadas a 72 graus Fahrenheit por 21 dias em cilindros graduados.

[0049]Formulação da Amostra #5840-78G: TIPA85 (42,2%); TIBP (1,8%); goma Xantana (KELZN ASX) (0,7%); água (40,6%); e ácido acético (14,7%).

[0050]Formulação da Amostra #5840-78F: TIPA85 (42,5%); TIBP (1,8%); goma Diutan (0,35%); água (40,8%); e ácido acético (14,7%).

[0051]Um terço do fundo de cada amostra foi isolado e avaliado para sua eficácia em arrastamento de ar na argamassa de cimento preparada de acordo com ASTM C185. Um cimento Portland ordinário foi usado. Cada aditivo adicionado a 0,04% com base no peso do cimento. A goma Xantana não foi tão eficaz em estabilizar o antiespumante. A goma Diutan foi eficaz na estabilização do antiespumante TIBP com metade da dosagem.

[0052]Os resultados são mostrados na Tabela 5 abaixo.

Tabela 5

	ASTM C185 ar (%) para as amostras armazenadas 21 dias
Argamassa preparada sem aditivo	8,9
Amostra de Formulação 5840-80A (nenhum antiespumante, nenhuma Goma Diutan)	10,9
Amostra de Formulação 5840-78G Fração do fundo	10,0
Amostra de Formulação 5840-78F Fração do fundo	7,5

Exemplo 6

[0053]O agente viscosificante hidroxietil metil celulose MW 40.000 foi usado na seguinte formulação (5840-78H).

[0054]Formulação da Amostra #5840-78H: TIPA85 (42,4%); TIBP (1,8%); hidroxietil metil celulose (WALLOCEL™ 40.000) (0,5%); água (40,6%); e ácido acético

(14,7%).

[0055]Esta formulação visivelmente separada depois de um dia de armazenagem.

Exemplo 7

[0056]As amostras das formulações 5840-84A e 584084B foram preparadas com níveis mais baixos de goma Diutan do que anteriormente usado e testado. Estas amostras foram visivelmente separadas depois de 3 dias de armazenamento a 108 graus Fahrenheit. Com os dados anteriores para comparação, isto sugere que o nível mínimo de 0,05-0,25% de goma de Diutan foi requerido para manter a estabilidade do antiespumante TIBP nesta formulação particular.

[0057]Formulação da Amostra #5840-84A: TIPA85 (42,4%); TIBP (1,8%); goma Diutan (0,05%); água (40,8%); e ácido acético (14,7%).

[0058]Formulação da Amostra #5840-84B: TIPA85 (42,4%); TIBP (1,8%); goma Diutan (0,025%); água (40,8%); e ácido acético (14,7%).

Exemplo 8

[0059]As seguintes formulações de TIBP em água com várias gomas foram preparadas e testadas para viscosidade. As gomas foram dispersas em TIBP antes da introdução da água. As formulações foram armazenadas em funis de separação por 10 dias a 100°F. As amostras foram então divididas em três frações, isolando um terço do fundo, um terço do meio, e um terço do topo nos funis para cada formulação. As frações isoladas foram avaliadas para seu conteúdo TIBP por HPLC. A goma Xantana é a menos preferida. Enquanto os níveis mais altos de 0,45% começam a proporcionar alguma estabilidade para TIBP, aumentando o nível ainda pode afetar adversamente a viscosidade de bombeamento dos aditivos no aplicativo.

[0060]Uma retenção não separada da amostra com 0,15% de goma Diutan foi descoberta como tendo 3,4% de TIBP por HPLC.

Tabela 6

Goma	Diutan	Diutan	Welan	Welan	Xantana	Xantana
Componente	%	%	%	%	%	%
TIBP	3,6%	3,6%	3,6%	3,6%	3,6%	3,6%

VMA	0,15%	0,30%	0,30%	0,45%	0,30%	0,45%
Água	96,2%	96,1%	96,1%	95,9%	96,1%	95,9%

Média de viscosidade Brookfield de eixo 27 e 34

RPM	CP	CP	CP	CP	CP	CP
0,3	18420	21340	10922	18420	13105	16315
3	2237	2677	2411	3572	2674	3847
12	658	738	834	1200	904	1270
30	286	315	415	576	439	603
60	158	168	240	329	263	350

Armazenagem por 10 dias a 100-108°F

Fração	% TIBP	% TIBP	% TIBP	% TIBP	% TIBP	% TIBP
Topo	3,3	3,4	3,5	3,2	9,0	3,4
Meio	3,2	3,3	3,4	3,2	0,1	1,7
Fundo	3,1	3,5	3,2	3,2	0,1	1,2

Exemplo 9

[0061]As amostras foram formuladas usando carboximetil celulose (WALLOCEL™ 40.000) em quantidades de até 5% na formulação. Uma separação visível ocorreu, sugerindo que o carboximetil celulose não estabilizou o TIBP dentro da formulação.

Exemplo 10

[0062]As seguintes formulações de TIBP/Glicol/Água e várias aminas foram preparadas. O propósito deste teste foi determinar se o TIBP poderia ou não ser estabilizado nas formulações com aminas outras que não o TIPA. O TIPA tem um efeito solubilizante no TIBP, e pode estabilizar o TIBP nas formulações com um total de sólidos maior do que 80%. O mesmo não é observado quando estas outras aminas são usadas em altas formulações de sólidos com TIBP. A separação ocorre. As formulações foram armazenadas em funis de separação por 10 dias a 100 graus Fahrenheit. As amostras foram então divididas em três frações, isolando as frações de

um terço do fundo, um terço do meio, e um terço do topo do material em funis de separação. As frações isoladas foram avaliadas em seu conteúdo usando HPLC. Foi confirmado que, indiferente de qual amina foi usada na formulação, a quantidade de TIBP em cada fração foi comparável, indicando uma estabilização do TIBP na formulação. Os resultados são mostrados na Tabela 7 abaixo.

Tabela 7

AMINA	DEIPA	THEED	TEA
Componente	%	%	%
TIBP	1,2%	1,2%	1,2%
Goma Diutan	0,17%	0,17%	0,17%
Glicol	35%	35%	35%
Amina	25%	25%	25%
Água	39%	39%	39%

Armazenamento por 10 dias a 100-108°F

Fração	% TIBP	% TIBP	% TIBP
Topo	1,1	1,0	1,1
Meio	1,1	1,1	1,1
Fundo	1,1	1,1	1,1

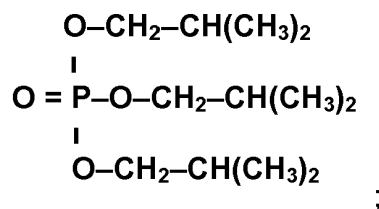
[0063]Os exemplos acima mencionados e as modalidades foram apresentados com propósito ilustrativo apenas e não pretendem limitar o escopo da invenção.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição aditiva de moagem de cimento, **CARACTERIZADA** pelo fato de que compreende:

(a) pelo menos um aditivo de moagem de cimento amina compreendendo triisopropanolamina, dietanolisopropanolamina, diisopropanoletanolamina, ou misturas dos mesmos; e

(b) tri-iso-butilfosfato presente em uma quantidade de 0,05 a 5,0 por cento com base no peso total da referida composição aditiva de moagem de cimento, o referido tri-iso-butilfosfato sendo representado pela fórmula



(c) uma goma de biopolímero polissacarídeo presente em uma quantidade de 0,05 a 1,0 por cento com base no peso total da referida composição aditiva de moagem de cimento, a referida goma de biopolímero polissacarídeo sendo selecionada a partir de um grupo consistindo em Diutan, welan e Xantana; e

(d) água em uma quantidade de 35 a 95,0 por cento com base no peso total da composição aditiva de moagem de cimento, pelo que o referido tri-iso-butilfosfato é uniformemente disperso ao longo da referida composição aditiva de moagem de cimento.

2. Composição aditiva de moagem de cimento, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a referida goma de biopolímero polissacarídeo é selecionada a partir de Diutan e welan.

3. Composição aditiva de moagem de cimento, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a referida goma de biopolímero polissacarídeo é Diutan.

4. Composição aditiva de moagem de cimento, de acordo com a reivindicação 3, **CARACTERIZADA** pelo fato de que compreende ainda dietileno glicol, monoetileno glicol, ou misturas dos mesmos.

5. Composição aditiva de moagem de cimento, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que compreende ainda um auxiliar de moagem de cimento selecionado a partir de um glicol, ácido acético ou acetato, sal, açúcar, ou misturas dos mesmos.

6. Composição aditiva de moagem de cimento, de acordo com a reivindicação 5, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que compreende ainda um glicol.

7. Método para fabricar um cimento, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que compreende: introduzir ao clínquer de cimento, antes ou durante a moagem do mesmo para produzir cimento hidratável, a composição como definida na reivindicação 1.

8. Método para fabricar um cimento, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que compreende: introduzir ao clínquer de cimento, antes ou durante a moagem do mesmo para produzir cimento hidratável, a composição como definida na reivindicação 5.

9. Método para fabricar um cimento, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que compreende: introduzir ao clínquer de cimento, antes ou durante a moagem do mesmo para produzir cimento hidratável, a composição como definida na reivindicação 6.