



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 304 867**

⑫ Número de solicitud: 200700348

⑬ Int. Cl.:
C04B 24/08 (2006.01)

⑭

PATENTE DE INVENCION

B1

⑮ Fecha de presentación: **09.02.2007**

⑯ Fecha de publicación de la solicitud: **16.10.2008**

Fecha de la concesión: **14.10.2009**

⑰ Fecha de anuncio de la concesión: **29.10.2009**

⑱ Fecha de publicación del folleto de la patente:
29.10.2009

⑲ Titular/es: **FUCHS LUBRICANTES, S.A.**
Polígono Industrial San Vicenç
08755 Castellbisbal, Barcelona, ES

⑳ Inventor/es: **Gaillard Rafols, Xavier y**
Rodríguez Grabalosa, Nuria

㉑ Agente: **Ponti Sales, Adelaida**

㉒ Título: **Emulsión acuosa para la hidrofugación de material de construcción y procedimiento para su obtención.**

㉓ Resumen:

Emulsión acuosa para la hidrofugación de material de construcción y procedimiento para su obtención.

La emulsión comprende 10-40% de ácidos grasos libres C8 y C22, saturados o insaturados, de origen natural o sintético; 0,4-10% de emulgentes seleccionados entre alcoholes, ácidos grasos, ésteres C11-C18 y entre 2-20 moles de óxido de etileno; 0,1-3% de antiespumantes seleccionados entre polímeros de siliconas, siloxanos y derivados de fosfatos de amina; 0-5% de aminas seleccionadas entre aminas grasas, aminas oxietilenadas y alcanolaminas; 0-2% de bactericidas; siendo el resto agua; donde dicha emulsión está exenta de calcio y presenta una distribución de tamaño de partícula homogéneo ≤ 1 micra tras su paso por un homogeneizador industrial.

La presencia de materia grasa en forma de ácido graso libre confiere al material de construcción mayor resistencia con menor contenido de emulsión hidrofugante y, por lo tanto, a un coste sustancialmente inferior.

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

DESCRIPCIÓN

Emulsión acuosa para la hidrofugación de material de construcción y procedimiento para su obtención.

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a una emulsión acuosa en masa para la hidrofugación de material de construcción, a su procedimiento de obtención y a su utilización en materiales de construcción.

10 La utilización de la emulsión acuosa según la presente invención proporciona un material de construcción, en particular hormigón, de elevada resistencia a la compresión y elevadas propiedades hidrofugantes.

Antecedentes de la invención

15 Son conocidos en el estado de la técnica distintos tipos de aditivos hidrofugantes en masa destinados a proporcionar a los materiales de construcción una propiedad hidrorepelente. Esta característica repelente del agua confiere al producto acabado destinado a la construcción una elevada durabilidad además de un buen acabado superficial.

20 Estos aditivos hidrofugantes se añaden durante el amasado del hormigón proporcionando propiedades hidrofugantes al producto acabado imprescindibles para lograr la calidad exigida.

25 Hasta la fecha, los productos utilizados como aditivos hidrofugantes para hormigón son suspensiones de sales de ácidos grasos en agua. La composición habitual de estos aditivos hidrofugantes para hormigón comprende 30-44% de ácidos grasos de cadena larga; 4-8% de $\text{Ca}(\text{OH})_2$; 3-6% de emulgentes; 0,1% de bactericidas; 0,1-1% de dispersantes; siendo el resto agua.

Los ácidos grasos son mayoritariamente saturados y de cadena larga y forman con el ión de Ca un jabón sólido. Los emulgentes pueden ser de varios tipos dentro de la gran oferta comercial existente en el mercado y el dispersante, en general, es un polímero que facilita la homogeneidad y suspensión de las partículas sólidas en el agua.

30 La emulsión hidrofugante obtenida no es siempre estable y, generalmente, presenta una viscosidad superior a 30" en Copa Ford 4 en la que el estearato cálcico en forma sólida está suspendido en el agua. El hecho que sea un producto bastante viscoso dificulta, la perfecta homogeneización en la masa del hormigón, lo que implica que el rendimiento real de hidrofugación no sea el deseado.

35 Además, la adición de un jabón de ácido graso y calcio al hormigón conlleva la inclusión de aire en forma de espuma en el hormigón que sin duda modifica sus propiedades de resistencia a la compresión. Esta propiedad es muy importante en la fabricación de todas las piezas de hormigón.

40 Por lo tanto, existen todavía en el estado de la técnica una serie de inconvenientes en los aditivos hidrofugantes destinados a hidrofugar material de construcción para obtener un hormigón con buenas propiedades a bajo coste.

Descripción resumida de la invención

45 Un primer aspecto de la invención es proporcionar una emulsión acuosa para la hidrofugación de material de construcción que permita reducir la inclusión de aire en el hormigón durante su amasado y, por lo tanto, mejore la resistencia a la compresión del hormigón acabado.

50 Un segundo aspecto de la invención es proporcionar una emulsión acuosa que sea fácil de homogeneizar en la masa de hormigón y cuya composición sea estable a la temperatura de trabajo.

Un tercer aspecto de la invención es proporcionar un procedimiento para la obtención de una emulsión acuosa para la hidrofugación de material de construcción que contemple los aspectos primero y segundo de la invención.

55 Un cuarto aspecto de la invención es la utilización de la emulsión según el primer y el segundo aspecto de la invención para la fabricación de materiales de construcción, en particular para la fabricación de hormigón.

Descripción detallada de la invención

60 De acuerdo con el primer aspecto de la invención se proporciona una emulsión acuosa para la hidrofugación de materiales de construcción que comprende:

10-40% de ácidos grasos libres de cadena comprendida entre C8 y C22, saturados o insaturados, de origen natural o sintético;

65 0,4-10% de emulgentes seleccionados entre alcoholes, ácidos grasos, ésteres de cadena C11-C18 y con entre 2-20 moles de óxido de etileno;

ES 2 304 867 B1

0,1-3% de antiespumantes seleccionados entre polímeros de siliconas, siloxanos y derivados de fosfatos de amina o mezclas de los mismos;

0-5% de aminas seleccionadas entre aminas grasas, aminas oxietilenadas y alcanolaminas;

0-2% de bactericidas solubles en agua;

siendo el resto agua, donde los porcentajes están expresados en peso respecto al peso total de la emulsión; y donde dicha emulsión está exenta de calcio o de sus derivados y presenta una distribución de tamaño de partícula homogénea ≤ 1 micra tras su paso por un homogeneizador industrial.

Una composición preferida de la invención comprende 18-30% de ácidos grasos libres de cadena comprendida entre C8 y C22, saturados o insaturados, de origen natural o sintético; 1-3% de emulgentes no iónicos seleccionados entre alcoholes lineales y/o ramificados de cadena entre C3-C20, ácidos grasos saturados y/o insaturados de cadena entre C11-C20, ésteres de cadena C11-C18 y con entre 2-15 moles de óxido de etileno; 0,5-1% de antiespumantes; 0,5-1% de aminas; 0,1-1% de bactericidas solubles en agua, siendo el resto agua.

La presencia de la materia grasa en forma de ácido graso libre confiere al material de construcción obtenido propiedades hidrofugantes superiores a las del estado de la técnica.

Ventajosamente, con la emulsión acuosa según la presente invención puede reducirse entre un 30 y un 50% la cantidad de emulsión hidrofugante a adicionar al hormigón con respecto al estado de la técnica, lo que favorece un aumento de la resistencia a la compresión del hormigón además de presentar buenas propiedades hidrofugantes.

Sorprendentemente, la emulsión acuosa en forma de ácido graso libre según la presente invención y la subsiguiente adición de ésta en la masa del hormigón permite la formación del jabón cálcico "*in situ*" (en la masa del hormigón) generándose dentro de la amasada muy poca espuma y, por tanto, el aire ocluido en la masa del hormigón es mínimo lo que permite obtener materiales de construcción de mayor resistencia con menor contenido de emulsión hidrofugante y, por lo tanto, a un coste sustancialmente inferior.

Es de destacar que la estabilidad en el tiempo de la emulsión acuosa depende también del tipo de emulgente, amina y antiespumante utilizado, por lo que se prefieren, en caso de utilizarse:

- Emulgentes especialmente de bajo HLB para que generen la menor cantidad de espuma posible en la emulsión. Preferiblemente, los emulgentes se seleccionan entre alcoholes, ácidos grasos y ésteres de cadenas entre C11-C18 y con un contenido de óxido de etileno preferiblemente entre 2-6 moles.

- Aminas oxietilenadas y alcanolaminas (monoetanolamina, dietanolamina y trietanolamina), que neutralizan una parte del ácido graso, aumentan el pH y ayudan a dispersar el ácido graso libre en la emulsión.

- Antiespumantes, especialmente seleccionados entre polímeros de siliconas, siloxanos y derivados de fosfatos de amina que evitan la formación de espuma en el proceso de fabricación de la emulsión y rompen las burbujas de aire que se forman al amasar el hormigón.

De acuerdo con el segundo aspecto de la invención se proporciona una emulsión acuosa con un contenido elevado en agua superior al 60% y todavía más preferiblemente superior al 70% con respecto al peso total de la emulsión. La elevada cantidad de agua presente en la composición de la emulsión facilita que ésta presente una viscosidad inferior a 35", preferiblemente inferior a 20" y todavía, más preferiblemente, inferior a 11" medidas según Copa Ford 4.

Las propiedades de la emulsión acuosa hidrofugante no dependen únicamente de la naturaleza química del componente activo sino también de la calidad de la emulsión ya que ésta condiciona la dispersión del producto en la masa del hormigón y su efectividad, así como la durabilidad de este efecto en el tiempo.

Ventajosamente, de acuerdo con el segundo aspecto de la invención se proporciona una emulsión acuosa que permite una perfecta dosificación del producto debido a su baja viscosidad y facilita la adición de dicha emulsión dentro de la masa de hormigón, quedando la pieza final de hormigón perfecta y uniformemente hidrofugada.

De acuerdo con el tercer aspecto de la invención se proporciona un procedimiento para la obtención de una emulsión acuosa según la invención que comprende las siguientes etapas:

- i) mezclar el agua con el resto de componentes a una temperatura comprendida entre 30 y 70°C, hasta la obtención de una preemulsión homogénea, y a continuación

- ii) homogeneizar la preemulsión resultante de la etapa i) en un homogeneizador industrial que proporciona una distribución de tamaño de partícula homogénea ≤ 1 micra a la emulsión así preparada.

De acuerdo con el tercer aspecto de la invención, la homogeneización de la preemulsión se lleva a cabo a través de un homogeneizador industrial.

ES 2 304 867 B1

Un homogeneizador industrial es una máquina que mediante una válvula de diseño especial que trabaja a alta presión permite obtener una distribución homogénea del tamaño de partículas que contiene el líquido.

De acuerdo con la presente invención, el homogeneizador industrial es un elemento esencial para la obtención de la emulsión acuosa con las propiedades aquí descritas, no descrito ni sugerido en el estado de la técnica para la preparación de una emulsión destinada a la hidrofugación de materiales de construcción.

En particular, el procedimiento para la obtención de la emulsión acuosa comprende preparar una mezcla del agua, los emulgentes, antiespumantes y materia grasa y, opcionalmente, el resto de componentes, en una caldera, a una temperatura preferiblemente comprendida entre 40 y 60°C y, a continuación, llevar a cabo la homogeneización de dicha preemulsión a través de un homogeneizador industrial que mecánicamente reduce el tamaño de la interfase aceite-agua a un tamaño de partícula igual o inferior a 1 micra lo que confiere a la emulsión así obtenida una gran estabilidad en el tiempo y una perfecta uniformidad.

La emulsión acuosa según la invención presenta buenas propiedades de hidrofugación una vez se amasa con el hormigón, mínima formación de espuma durante este amasado y pequeñas cantidades de emulgentes y dispersantes lo que confiere a las piezas de hormigón acabado elevada resistencia a la compresión.

Por tanto, la invención también se refiere a la utilización de dicha emulsión acuosa para la fabricación de materiales de construcción, en particular para la fabricación de piezas de hormigón con buenas propiedades hidrofugantes y de resistencia a la compresión.

Ventajosamente, la emulsión acuosa confiere al hormigón una hidrofugación medida en % sobre peso seco por inmersión en agua inferior al 3,4%, una absorción capilar medida en % respecto patrón inferior al 50% según norma EN 450-5 y una resistencia a la compresión > al 85% respecto al patrón según norma EN12390-3

Ejemplos de la invención

A continuación, se incluyen unos ejemplos en los que a título no limitativo de la invención se muestran realizaciones prácticas de la invención.

Ejemplos

Ejemplo 1

76,9% Agua

20% Ácidos grasos de origen vegetal saturados e insaturados

1% Antiespumante basado en emulsión de siliconas

1% Ácido graso oxietilenado, ácido oleico con 9 moles de óxido de etileno

1% Alcanol amina: dietanolamina

0,1% Bactericida: Proxel TN

Ejemplo 2

72,9% Agua

25% Tall oil

1% Antiespumante, polímeros acrílicos

0,5% Alcohol oxietilenado: alcohol C16 C18 con 6 moles de óxido de etileno

0,5% Dietilen amina

1% Bactericida Acticide F

ES 2 304 867 B1

Ejemplo 3

76,4% Agua

5 21% Ácidos grasos de oliva

1% Antiespumante derivados de fósforo y amina

10 0,5% Alcohol C11 4 moles de óxido de etileno

1% Trietanolamina

1% Bactericida Acticide OX

15

Ejemplo 4

74,4% Agua

20 23% Ácido esteárico sintético

1% Antiespumante, mezclas hidrocarburos derivados del petróleo

25 0,5% Metanol 2 moles de óxido de propileno

1% Dietanol amina

1% Bactericida Acticide F

30

Ejemplo 5

64,4% Agua

35 30% Ácidos grasos de procedencia animal

1% Antiespumante, fosfatos amina

40 2% Ester Oxietilenado: Dioleato de poliglicol 400

1% Alcohol oxietilenado, C10 con 4 moles óxido etileno

1,5% Diamina de sebo etoxilada con 3 MOE

45

0,1% Bactericida Acticide F

Se incluyen, a continuación, dos ejemplos sobre el estado de la técnica y los resultados de ensayos comparativos con la emulsión acuosa de acuerdo con la presente invención.

50

Ejemplo 1 estado de la técnica

30% Ácidos grasos de cadena C18

55

4% Ca (OH)₂

3% Emulgentes

60 0,1% Bactericida

0,1% Dispersante

resto agua

65

ES 2 304 867 B1

Ejemplo 2 estado de la técnica

44% Ácidos grasos de cadena C18

8% Ca (OH)₂

6% Emulgentes

0,1% Bactericida

1% Dispersante

resto agua

En la tabla 1 que sigue se muestran los resultados comparativos entre dos tipos de emulsiones según el estado de la técnica y la emulsión acuosa según la presente invención referida a la composición definida en los cinco ejemplos anteriores:

TABLA 1

PRODUCTO	VISCOSIDAD Copa Ford 4	HIDROFUGACION % sobre peso seco por inmersión en agua	TAMAÑO PARTICULA en emulsión
Estado técnica 1	35"	3,4%	> 2 micras
Estado técnica 2	42"	4,3%	> 2 micras
EJEMPLO 1	11"	1,1%	< 1 micras
EJEMPLO 2	11"	1,4%	< 2 micras
EJEMPLO 3	13"	1,7%	< 1 micras
EJEMPLO 4	11"	1,2%	< 1 micras
EJEMPLO 5	12"	1,9%	< 2 micras

A partir de los resultados comparativos mostrados en la tabla 1 puede observarse que la emulsión acuosa según la invención es sustancialmente menos viscosa, presenta una hidrofugación sustancialmente superior puesto que el porcentaje de agua absorbida por inmersión en peso seco de hormigón es sustancialmente menor y un tamaño de partícula de la emulsión acuosa antes de amasarse en el hormigón inferior a 1 micra.

A continuación, se compararon las propiedades de un hormigón según el estado de la técnica (ejemplos 1 y 2 del estado de la técnica) con respecto a un hormigón obtenido a partir de la emulsión según la presente invención (ejemplos 1 a 5) tomando como patrón un hormigón estándar.

ES 2 304 867 B1

Resultados de los ensayos

Los ensayos se realizaron siguiendo la norma UNE-EN 934-2, para aditivos de hormigón.

El hormigón utilizado es un hormigón estándar o patrón con la siguiente composición:

Arena lavada: 30,7%

Grava 5/12 mm: 46%

Cemento Pórtland gris 52.5R :15,2%

Aditivo:1% sobre peso cemento

Agua: 8,1%

Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2 que sigue:

TABLA 2

PRODUCTO	RESISTENCIA COMPRESIÓN % respecto patrón	ABSORCIÓN CAPILAR % respecto patrón	COEFICIENTE ABSORCIÓN gr/ (m ² *s ^{0.5})
Estado técnica 1	86%	34 %	77
Estado técnica 2	89%	40%	82
EJEMPLO 1	89%	28,4 %	69
EJEMPLO 2	93%	26%	64
EJEMPLO 3	90%	23%	71
EJEMPLO 4	91%	21%	60
EJEMPLO 5	89%	20%	58

A partir de los resultados mostrados en la tabla 2 puede observarse que con la utilización de la emulsión acuosa según la presente invención se obtiene un hormigón con iguales o superiores propiedades de resistencia a la compresión, con resultados de absorción capilar y coeficiente de absorción sustancialmente superiores a los del hormigón según el estado de la técnica, lo que sin duda confiere al hormigón obtenido con la emulsión acuosa según la invención superiores propiedades finales y por lo tanto asegura una mayor vida al producto destinado a la construcción.

REIVINDICACIONES

1. Emulsión acuosa para la hidrofugación de materiales de construcción que comprende:

10-40% de ácidos grasos libres de cadena comprendida entre C8 y C22, saturados o insaturados, de origen natural o sintético;

0,4-10% de emulgentes seleccionados entre alcoholes, ácidos grasos, ésteres de cadena C11-C18 y entre 2-20 moles de óxido de etileno;

0,1-3% de antiespumantes seleccionados entre polímeros de siliconas, siloxanos y derivados de fosfatos de amina o mezclas de los mismos;

0-5% de aminas seleccionadas entre aminas grasas, aminas oxietilenadas y alcanolaminas;

0-2% de bactericidas solubles en agua;

siendo el resto agua;

donde dicha emulsión está exenta de calcio o de sus derivados y presenta una distribución de tamaño de partícula homogéneo ≤ 1 micra tras su paso por un homogeneizador industrial.

2. Emulsión acuosa según la reivindicación 1, **caracterizada** por el hecho de que comprende 18-30% de ácidos grasos libres de cadena comprendida entre C8 y C22, saturados o insaturados, de origen natural o sintético.

3. Emulsión acuosa según la reivindicación 1, **caracterizada** por el hecho de que comprende 1-3% de emulgentes no iónicos seleccionados entre alcoholes lineales y/o ramificados de cadena entre C3-C20, ácidos grasos saturados y/o insaturados de cadena entre C11-C20, ésteres de cadena C11-C18 y un contenido entre 2-15 moles de óxido de etileno.

4. Emulsión acuosa según la reivindicación 1, **caracterizada** por el hecho de que comprende 0,5-1% de antiespumantes.

5. Emulsión acuosa según la reivindicación 1, **caracterizada** por el hecho de que comprende 0,5-1% de aminas.

6. Emulsión acuosa según la reivindicación 1, **caracterizada** por el hecho de que comprende 0,1-1% de bactericidas solubles en agua.

7. Emulsión acuosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada** por el hecho de que presenta una viscosidad medida según Copa Ford 4 inferior a 35".

8. Emulsión acuosa según la reivindicación 7, **caracterizada** por el hecho de que presenta una viscosidad inferior a 20".

9. Emulsión acuosa según la reivindicación 7, **caracterizada** por el hecho de que presenta una viscosidad inferior a 15".

10. Procedimiento para la obtención de una emulsión acuosa para la hidrofugación de material de construcción según cualquiera de las anteriores, que comprende las siguientes etapas:

i) mezclar el agua con el resto de componentes a una temperatura comprendida entre 30 y 70°C, hasta la obtención de una preemulsión homogénea, y a continuación

ii) homogeneizar la preemulsión resultante de la etapa i) en un homogeneizador industrial que proporciona una distribución de tamaño de partícula homogénea ≤ 1 micra a la emulsión así preparada.

11. Procedimiento según la reivindicación 10, **caracterizado** por el hecho de que la etapa i) se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 40 y 60°C.

12. Utilización de una emulsión acuosa según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 para la fabricación de materiales de construcción.

13. Utilización según la reivindicación 12, para la fabricación de hormigón.



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ ES 2 304 867

⑫ Nº de solicitud: 200700348

⑬ Fecha de presentación de la solicitud: **09.02.2007**

⑭ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑮ Int. Cl.: **C04B 24/08** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑯ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	GB 535739 A (ROBERT WARD) 21.04.1941, página 1, líneas 9-33,45-49; página 3, líneas 18-21.	1
A	CN 1587175 A (JIANG ZHE) 02.03.2005 (resumen) (en línea) (recuperado 18.09.2008). Recuperado de EPO EPODOC Database.	1-10
A	GB 460736 A (WILLIAM THOMAS HOWE) 03.02.1937, página 1, líneas 9-17,62-65,83-89; ejemplo.	1-10
A	ES 2072140 T3 (HEIDEMARIE GATTINGER) 01.07.1995, reivindicaciones 1,2.	1,3
A	US 4878948 A (SHAH) 07.11.1989, columna 1, líneas 5-8,60-67; columna 2, líneas 17-31; columna 3, líneas 8-15.	1
A	US 2002005149 A1 (KARKARE et al.), párrafos [0001],[0003]; reivindicaciones 1,4.	1-10

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

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

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

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

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

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

25.09.2008

Examinador

S. González Peñalba

Página

1/1