



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 295 434**

51 Int. Cl.:
C04B 24/38 (2006.01)
C08L 1/28 (2006.01)
C04B 28/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **02789107 .6**
86 Fecha de presentación : **26.11.2002**
87 Número de publicación de la solicitud: **1451126**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **01.09.2004**

54 Título: **Composición de cemento acuosa.**

30 Prioridad: **03.12.2001 SE 0104048**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2008

73 Titular/es: **Akzo Nobel N.V.**
Postbus 9300
6800 SB Arnhem, NL

72 Inventor/es: **Rydgren, Hans y**
Stridh, Kjell

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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

Composición de cemento acuosa.

5 La presente invención se refiere a una composición acuosa fresca de cemento adecuada para fines de construcción. Contiene un éter de metil etil celulosa, que imparte a la composición de cemento excelentes propiedades reológicas, que incluyen una elevada retención de agua combinada con un tiempo abierto prolongado.

10 El documento US 5.372.642 describe el uso de éteres de metil hidroxietilcelulosa carboximetilada que tienen un GS(grado de sustitución)_{de alquilo} de 1,0 a 2,0 un GS_{de carboxialquilo} de 0,005 a 0,6 y una SM(sustitución molar)_{de hidroxialquilo} de 0,05 a 1 como aditivo para mezclas de cal hidratada y cemento.

15 El resumen del documento JP2000203915 describe una composición de mortero de cemento que contiene al menos dos clases de éter de celulosa que se seleccionan entre aquellas en las que (i) el módulo sustituyente de metoxilo es 26-31% en peso y el módulo sustituyente de hidroxipropilmetil celulosa es 3-13% en peso, (ii) el módulo sustituyente de un grupo metoxilo es 18-26% en peso, el módulo sustituyente de un grupo hidroxipropoxilo es 3-13% en peso, y (iii) el módulo sustituyente de metoxilo es 19-27% en peso y el módulo sustituyente de hidroxietoxilo es 3-16% en peso.

20 Éteres de celulosa no iónicos, tales como éteres de metil celulosa, éteres de metil hidroxietil celulosa y éteres de metil hidroxipropil celulosa, se usan frecuentemente en morteros frescos de cemento como agente espesante y de retención de agua. Los éteres de metil celulosa también mejoran propiedades reológicas tales como trabajabilidad, estabilidad y adhesión. Otros éteres de celulosa disponibles comercialmente para composiciones modernas a base de cemento son éteres de etil hidroxietil celulosa. También es bien conocido combinar los éteres de celulosa con polímeros sintéticos, por ejemplo, poliacrilamidas y alcoholes polivinílicos, a fin de mejorar adicionalmente las propiedades de los morteros frescos de cemento. Véase por ejemplo el documento US 5.234.968.

25 También es de importancia esencial que la composición fresca de cemento tenga un tiempo abierto necesario para que se haga el trabajo de manera práctica y una adhesión satisfactoria y que la composición fresca de cemento, después del curado, dé como resultado un producto de buena resistencia.

30 Según la presente invención se ha encontrado ahora que una composición acuosa, fresca de cemento que contiene un cemento hidráulico y un éter de metil etil celulosa, que tiene un GS de metilo de 0,4-2,2, preferiblemente 0,6-1,8; un GS de etilo de 0,05-0,8, preferiblemente 0,1-0,5; y una SM de hidroxialquilo-(C₂-C₃) de 0-2, preferiblemente 0,1-1,2; exhibe buenas propiedades reológicas, tales como una elevada retención de agua combinada con un tiempo abierto prolongado, una buena adhesión y una elevada resistencia del producto curado. La cantidad de éter de metil etil celulosa es adecuadamente de 0,05-3%, preferiblemente 0,1-2%, y lo más preferiblemente de 0,2-1,0% en peso del peso seco de la composición fresca de cemento.

35 El éter de metil etil celulosa tiene ventajosamente una temperatura de floculación entre 55°C y 85°C, preferiblemente entre 60°C y 80°C, mientras la viscosidad está adecuadamente entre 200 mPa·s y 20000 mPa·s, medida en una solución al 1% en peso a 20°C según Brookfield LV, rotor 1-4, 12 rpm.

40 La presencia de grupos tanto metilo como etilo en el éter de celulosa prolonga el tiempo abierto de la composición fresca de cemento que está disponible sin excesivo grado de reducción de la adhesión y la resistencia del producto curado. La presencia de grupos hidroxietilo o hidroxipropilo no suprime estas propiedades sino que normalmente las mejora adicionalmente. Además, el uso del éter de celulosa en cuestión en la composición de cemento da como resultado un arrastre de aire que sustenta una excelente consistencia de la composición fresca de cemento y una buena resistencia a la formación de grietas en el producto curado. La composición de cemento de la invención tiene propiedades, que la hacen adecuada para ser usada como mortero de cemento, tales como para enlucido, materiales de relleno para juntas, capas de revestimiento para suelos, enfoscados, y adhesivos de azulejos.

45 El éster de metil etil celulosa descrito se puede producir haciendo reaccionar una celulosa de álcali con cloruro de metilo, cloruro de etilo y opcionalmente óxido de etileno y/u óxido de propileno. Adecuadamente la reacción se realiza en presencia de un medio de reacción orgánico inerte a temperaturas entre 60-115°C conforme a los principios que se describen en el libro: Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Fifth, Completely Revised Edition Volume A5, págs. 468-474.

50 Según la invención, el cemento hidráulico puede ser cemento Pórtland ordinario, cemento Pórtland de bajo calor de hidratación, cemento Pórtland blanco, cemento Pórtland de endurecimiento rápido, y cemento aluminoso, o mezclas de los mismos. Adecuadamente el cemento hidráulico contiene 75-100% en peso de cemento Pórtland ordinario o cemento Pórtland blanco. El cemento hidráulico también se puede combinar con 0-25% en peso de cal y/o yeso. En general, la composición de cemento también contiene materiales de relleno, aunque para ciertas aplicaciones, tales como pegamento de cemento para mosaico, la presencia de materiales de relleno puede que no sea requerida o deseada. Los materiales de relleno son habitualmente un material inorgánico con un tamaño de partícula de 5 mm o menos. El material inorgánico se selecciona preferiblemente entre el grupo que consiste en sílice, carbonato cálcico, diferentes tipos de dolomita y minerales expandidos. Los materiales de relleno para uso en enlucidos comprenden adecuadamente al menos 98% en peso de partículas que tienen un tamaño de partícula menor de 4 mm, mientras los materiales de relleno para adhesivos de azulejos, enfoscados, materiales de relleno para juntas y capas de revestimiento para suelos comprenden normalmente al menos 98% en peso de partículas que tienen un tamaño de partícula menor de 1,5 mm.

ES 2 295 434 T3

Según la invención, la composición de cemento también puede contener, además de éter de metil etil celulosa, otros aditivos que afectan a la reología. Ejemplos de otros aditivos de este tipo son otros polímeros que consisten en polímeros orgánicos sintéticos solubles en agua o dispersables en agua resistentes a los álcalis, tales como poli (acetatos de vinilo), poli(alcoholes de vinilo), poliacrilamidas, copolímeros entre acetato de vinilo y alcohol de vinilo, copolímeros entre acetato de vinilo, cloruro de vinilo y laurato de vinilo, copolímeros entre acrilatos y metacrilatos de metilo, derivados de almidón aniónicos o no iónicos, plastificantes poliméricos y mezclas de los mismos; y arcillas, tales como caolín, bentonita, atapulgita y mezclas de las mismas. Estos aditivos tienen normalmente un efecto espesante y mejoran la estabilidad de la composición fresca de cemento y la flexibilidad del producto curado, reduciendo con ello el riesgo de formación de grietas. Un aditivo reológico adecuado para uso en una composición fresca según la invención comprende 10-100%, preferiblemente 40-90% en peso de éter de metil etil celulosa según la invención, 0-90%, preferiblemente 10-60% en peso de otro polímero que consiste en polímero orgánico sintético soluble en agua o dispersable en agua resistente a los álcalis, y 0-90%, preferiblemente 0-50% en peso de arcilla.

Además de los componentes anteriormente mencionados, la composición de cemento también puede contener cierto número de otros ingredientes, tales como agentes que arrastran aire, retardadores, aceleradores, plastificantes no poliméricos, pigmentos, colorantes, e inhibidores de corrosión.

Una típica composición fresca de cemento según la invención contiene 0,05-3%, preferiblemente 0,1-2% y lo más preferiblemente 0,2-1% en peso seco de la composición de un aditivo reológico que contiene un éter de metil etil celulosa como se ha definido anteriormente,

8-99,5, preferiblemente 12-65% en peso seco de la composición de un cemento hidráulico,

0-91, preferiblemente 45-83% en peso seco de la composición de un material de relleno que tiene un tamaño de partícula de 5 mm o menos,

0-10, preferiblemente 0,05-4% en peso seco de la composición de otros ingredientes, y

10-60, preferiblemente 15-40% en peso seco de la composición fresca de cemento de agua.

La composición fresca se puede preparar mezclando en primer lugar al menos una parte del cemento con el aditivo reológico y otros ingredientes, tras de lo cual, se añaden el cemento restante y el material de relleno en una o más etapas y se mezcla a fondo hasta tener una combinación seca homogénea. Inmediatamente antes del uso propiamente dicho de la composición fresca de cemento se mezcla a fondo una combinación seca con la cantidad deseada de agua.

La presente invención se ilustra adicionalmente con los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

Cinco composiciones de cemento adecuadas para ser usadas como mortero de fijar azulejos se prepararon mezclando, según la norma DIN 18156, 400 g de cemento Pórtland ordinario; 525 g de arena que tenía un tamaño de partícula de menos de 0,5 mm y 75 g de espato flúor silíceo que tenía un tamaño de partícula de menos de 0,5 mm como material de relleno; 4 g de uno cualquiera de los éteres de celulosa no iónicos según la Tabla I a continuación; y 235 g de agua.

TABLA I

Éteres de celulosa no iónicos usados en las composiciones

Propiedad	Composiciones				
	1	2	A	B	C
GS de metilo	1,35	1,35	1,5	1,5	1,6
GS de etilo	0,12	0,12	0	0	0
SM de hidroxietilo	0,12	0,06	0,12	0,06	0
SM de hidroxipropilo	0	0	0	0	0,2
Viscosidad ¹⁾ , mPa's	7830	11800	11500	12400	3720
Temperatura de floculación, °C	69	67	68	68	61
¹⁾ Viscosidad medida según Brookfield LV, rotor 1-4, 12 rpm en solución al 1% en peso a 20°C					

ES 2 295 434 T3

Las propiedades de la composición de cemento se examinaron con respecto al contenido de aire (mediante mediciones de densidad), consistencia por el método de la mesa de sacudidas (ASTM C280-68), escurrimiento (UEAT_c), tiempo abierto medido como resistencia a la tracción sobre azulejos no vítreos (DIN 18156, parte 2). Los azulejos se aplicaron después de 0,5 y 10 minutos y se midió la resistencia a la tracción después de 28 días. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla II a continuación.

TABLA II

Comportamiento de las composiciones de cemento

	Composiciones				
Propiedad	1	2	A	B	C
Contenido de aire, %	15,0	14,1	14,5	13,7	15,6
Consistencia en la mesa de sacudidas, mm	160	159	158	157	167
Escurrimiento, mm	1	1	2	2	1
Tiempo abierto como resistencia a tracción, kg/cm ²					
0 min.	24,8	23,8	24,6	13,9	22,6
5 min.	18,1	20,2	10,5	9,8	15,7
10 min.	12,0	10,8	7,8	8,1	7,1

A partir de los resultados es evidente que los tiempos abiertos durante los cuales es obtenible una elevada resistencia a la tracción son esencialmente más prolongados para las composiciones de cemento 1 y 2 según la invención que para las composiciones de comparación A, B y C.

Ejemplo 2

Se prepararon tres composiciones de cemento según las fórmulas en el Ejemplo 1 pero la cantidad de agua se aumentó hasta 240 g. Los éteres de celulosa no iónicos exhibían las siguientes propiedades.

TABLA III

Éteres de celulosa no iónicos usados en las composiciones de cemento

	Composiciones		
Propiedad	3	4	D
GS de metilo	1,2	1,5	1,8
GS de etilo	0,25	0,25	0
SM de hidroxietilo	0,12	0,12	0,12
Viscosidad ¹⁾ , mPa's	16900	17700	18900
Temperatura de floculación, °C	64,5	61,7	64,6

Las propiedades de las composiciones de cemento se examinaron de la misma manera que en el Ejemplo 1, pero con la excepción de que no se midió el contenido de aire. Se obtuvieron los siguientes resultados.

ES 2 295 434 T3

TABLA IV

Comportamiento de las composiciones de cemento

Propiedad	Composiciones		
	3	4	D
Consistencia en la mesa de sacudidas, mm	141	140	138
Escurrecimiento, mm	2	3	2
Tiempo abierto como resistencia a tracción, kg/cm ²			
0 min.	21,7	25,8	21,9
5 min.	17,1	23,8	9,8
10 min.	7,6	5,4	0,8

Las composiciones 3 y 4 según la invención exhibían esencialmente mejores tiempos abiertos que la composición de comparación D.

Ejemplo 3

Se prepararon dos composiciones de cemento en conformidad con el Ejemplo 1, pero se ajustó el contenido de agua de modo que las composiciones de cemento recibieron un escurrecimiento entre 0,5 mm y 1 mm. Además, se prepararon dos composiciones de cemento similares. La diferencia fue que estas composiciones contenían como aditivo reológico una combinación de 4 g de cualquiera de los éteres de celulosa y 0,08 g de poliacrilamida. Los aditivos reológicos usados en las cuatro composiciones de cemento se muestran en la Tabla V.

TABLA V

Aditivo reológico usado en las composiciones

Componentes	Composiciones			
	6	7	E	F
Éter de celulosa, g	4	4	4	4
GS de metilo	0,9	0,9	—	—
GS de etilo	0,35	0,35	0,95	0,95
SM de hidroxietilo	0,9	0,9	2,35	2,35
Viscosidad, cP	2100	2100	6000	6000
Floculación, °C	70,1	70,1	69	69
Poliacrilamida, g	—	0,08	—	0,08

Se determinaron el contenido de aire, escurrecimiento, consistencia en la mesa de sacudidas y tiempo abierto de las cuatro composiciones de la misma manera que en el Ejemplo 1. Además, se determinó la retención de agua según la norma ASTM C91-71 (modificada con un diámetro de embudo de 80 mm y una evacuación durante 10 minutos). Se obtuvieron los siguientes resultados.

ES 2 295 434 T3

TABLA VI

Comportamiento de las composiciones de cemento

Propiedad	Composiciones			
	6	7	E	F
Adición de agua, g	220	250	225	255
Contenido de aire, %	24	20	22	23
Consistencia en la mesa de sacudidas, mm	158	164	154	154
Escurrecimiento, mm	1	0,5	1	0,5
Tiempo abierto como resistencia a tracción, kg/cm ²				
0 min.	21,8	21,1	12,7	12,0
5 min.	16,6	12,7	10,6	6,0
10 min.	7,6	6,5	4,3	0,0
Retención de agua, %	97,1	96,7	97,2	96,1

Las composiciones de cemento 6 y 7 según la invención tienen esencialmente mejor propiedad de tiempo abierto que las composiciones E y F. Los valores de retención de agua entre 94% y 98% son excelentes.

REIVINDICACIONES

1. Una composición acuosa fresca de cemento que contiene un cemento hidráulico y un éter de celulosa **caracterizada** porque la composición contiene un éter de metil etil celulosa que tiene un GS de metilo de 0,4-2,2, un GS de etilo de 0,05-0,8, y una SM de hidroxialquilo-(C₂-C₃) de 0-2.

2. Una composición de cemento, según la reivindicación 1, **caracterizada** porque el éter de metil etil celulosa tiene un GS de metilo de 0,6-1,8, un GS de etilo de 0,1-0,5, y una SM de hidroxialquilo-(C₂-C₃) de 0,1-1,2.

3. Una composición de cemento, según la reivindicación 2, **caracterizada** porque el grupo hidroxialquilo es hidroxietilo.

4. Una composición de cemento, según la reivindicación 2, **caracterizada** porque el grupo hidroxialquilo es hidroxipropilo.

5. Una composición de cemento, según las reivindicaciones 1-4, **caracterizada** porque contiene 0,05-3% en peso de éter de metil etil celulosa.

6. Una composición de cemento, según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, **caracterizada** porque contiene 0,05-3% en peso seco de un éter de metil etil celulosa según se define en las reivindicaciones 1-4, 8-99,5% en peso seco de la composición de un cemento hidráulico, 0-91% en peso seco de la composición de un material de relleno que tiene un tamaño de partícula de 5 mm o menos, 0-10% en peso seco de la composición de otros ingredientes, y 10-60% en peso de la composición de agua.

7. Una composición de cemento, según la reivindicación 6, **caracterizada** porque contiene 0,1-2% en peso seco de un éter de metil etil celulosa según se define en las reivindicaciones 1-4, 12-65% en peso seco de la composición de un cemento hidráulico, 45-83% en peso seco de la composición de un material de relleno que tiene un tamaño de partícula de 5 mm o menos, 0,05-4% en peso seco de la composición de otros ingredientes, y 15-40% en peso de la composición de agua.

8. Una combinación seca, adecuada para la preparación de una composición fresca de cemento, según las reivindicaciones 1-7, **caracterizada** porque contiene 0,05-3% en peso seco de un éter de metil etil celulosa según se define en las reivindicaciones 1-4, 8-99,5% en peso seco de la composición de un cemento hidráulico, 0-91% en peso seco de la composición con un material de relleno que tiene un tamaño de partícula de 5 mm o menos, y 0-10% en peso seco de la composición de otros ingredientes.

9. Una combinación seca, según la reivindicaciones 7, **caracterizada** porque contiene 0,1-2% en peso seco de un éter de metil etil celulosa según se define en las reivindicaciones 1-4, 12-65% en peso seco de la composición de un cemento hidráulico, 45-83% en peso seco de la composición de un material de relleno que tiene un tamaño de partícula de 5 mm o menos, y 0,05-4% en peso seco de la composición de otros ingredientes.

10. Un aditivo reológico adecuado para uso en una composición fresca de cemento o combinación seca según las reivindicaciones 1-8, **caracterizado** porque contiene 40-98,5% en peso seco de un éter de metil etil celulosa según se define en las reivindicaciones 1-4, 1,5-60% en peso de otro polímero que consiste en un polímero orgánico sintético soluble en agua o dispersable en agua resistente a los álcalis, y 0-50% en peso de arcilla.