

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 423 321**

51 Int. Cl.:

C04B 22/00 (2006.01)

C04B 28/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.11.2004 E 04819125 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.06.2013 EP 1685077**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de productos de losas de cemento que tienen propiedades antimicrobianas**

30 Prioridad:

17.11.2003 US 520799 P

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

19.09.2013

73 Titular/es:

**MICROBAN PRODUCTS COMPANY (100.0%)
SUITE 125, 11515 VANSTORY DRIVE
HUNTERSVILLE, NC 28078, US**

72 Inventor/es:

**ONG, IVAN WEI-KANG y
WALKER, GERALD W.**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 423 321 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

Procedimiento para la preparación de productos de losas de cemento que tienen propiedades antimicrobianas

5 Campo de la invención

La invención se refiere a la producción de un material compuesto adecuado para la formación de productos de losas de cemento y los productos de losas preparadas a partir de ellos. La divulgación también se refiere a un material que tiene el aspecto de mármol y/o granito con propiedades mejoradas que incluyen propiedades antimicrobianas en comparación con otros materiales naturales o sintéticos.

Antecedentes de la invención

A menudo se utilizan piedras naturales pulidas, tales como mármol o granito u otras formas ígneas de sílice cristalina o rocas silíceas, como revestimientos y superficies decorativas y funcionales en aplicaciones de construcción de larga duración. No obstante, estos productos requieren de una manipulación cara en la conformación y acabado y sólo están disponibles en relativamente pocas regiones geográficas. Estos factores aumentan significativamente los costes ya de por sí elevados de utilizar dichos materiales.

Además, cada bloque extraído de una cantera difiere, a veces ligeramente y otras de forma considerable, de los otros bloques extraídos de la misma cantera. Por consiguiente, es casi imposible producir suelos o revestimientos con grandes áreas superficiales que no presenten diferencias estéticas y/o de color.

La extracción de piedra natural de las canteras genera una gran cantidad de roca no utilizable. Las imperfecciones de la piedra natural provocan que sea muy susceptible a la ruptura. Las voladuras y la manipulación tosca de la piedra en las canteras provocan que la mayoría de la piedra sea inutilizable. Se estima que el porcentaje de piedra que se envía en forma de bloques para su procesamiento posterior no supera el 20-30% de la piedra total excavada.

Se han encontrado diversos usos para la gran cantidad de material de desecho generado por las canteras. Uno de dichos usos de este material de desecho es como componente de productos de piedra artificial.

Los productos de piedra artificial en general están formados de una mezcla de un agregado de piedra natural y un aglutinante adecuado. Hablando de forma general, existen dos tipos de aglutinantes: polímeros y aglutinantes de cemento. Utilizando técnicas de ingeniería moderna, como las descritas en las patentes de Estados Unidos 6.355.191, 4.698.010, y 5.321.055, todas ellas que se incorporan en la presente invención por referencia, es posible obtener productos que tienen un notable parecido a la piedra natural. Estos productos suelen ofrecer una mejor consistencia de color que la piedra natural, presentan mejores propiedades mecánicas que la piedra natural, y cuestan menos que la piedra natural.

Muchos de estos productos tienen utilidad como granito artificial para suelo, aceras, y el revestimiento externo de edificios. Así, estos productos de piedra artificial normalmente se encuentran en zonas de importancia estética y muy próximas a la actividad humana. También son zonas en las que es muy poco deseable el crecimiento de bacterias, moho y hongos.

Estos productos de piedra artificial, a pesar de ser superiores a la piedra natural en muchos aspectos, siguen teniendo un problema que es inherente a la piedra natural. La piedra natural puede ser bastante porosa y puede absorber líquidos que entren en contacto con ella. Si se utiliza un aglutinante de cemento en la preparación de un producto de piedra artificial, esta tendencia a absorber el agua se ve incrementada. Esta tendencia a absorber líquidos puede dar lugar a manchas y marcas de agua. El agua absorbida por las partículas de la piedra también ofrece un entorno húmedo adecuado para crecimiento de microorganismos que pueden manchar el producto, producir superficies resbaladizas y peligrosas, producir olores no deseados, contaminar los alimentos, actuar como vector para la contaminación cruzada, y promover la enfermedad.

En resumen, el aumento en la utilización de productos de piedra artificial en zonas con un contacto elevado con los seres humanos ha generado la necesidad de reducir o eliminar el potencial de crecimiento de microorganismos sobre la superficie de la piedra artificial.

Sumario de la invención

La presente divulgación se refiere a un material compuesto adecuado para la formación de productos de losas de cemento que tienen propiedades antimicrobianas. El material compuesto comprende un agregado natural, una matriz de cemento, y un agente antimicrobiano que es toliil diyodometil sulfona. El material compuesto tiene un aspecto similar al de la piedra natural a la vez que reduce o elimina presencia de microbios sobre la superficie del material.

La presente invención también se refiere a un procedimiento para la preparación de un producto de cemento que

tiene propiedades antimicrobianas. El procedimiento comprende la obtención de un agregado natural; la preparación de una matriz de cemento que comprende una suspensión de agua y cemento y un aditivo plastificante; la mezcla del agregado natural y la matriz de cemento; la adición de un agente antimicrobiano al agregado y la matriz de cemento; la extensión de la mezcla de agregado, matriz de cemento y agente antimicrobiano en un dispositivo de conformación; la desaireación de la mezcla extendida de agregado, matriz de cemento, y agente antimicrobiano poniendo la mezcla extendida al vacío; la aplicación de un movimiento vibratorio a la mezcla desaireada mientras la mezcla desaireada está al vacío; y la curación de la mezcla extendida y desaireada para formar un producto de cemento, donde el agente antimicrobiano es tolil diyodometil sulfona.

10 Es otro aspecto de la presente invención formar un producto acabado a partir del producto de cemento.

La presente divulgación ofrece dichos materiales de una manera rentable adecuada para su uso comercial generalizado.

15 **Breve descripción de los dibujos**

La presente invención se entenderá con mayor profundidad a partir de la descripción detallada y de los dibujos acompañantes, donde:

20 La Figura 1 es una fotografía después de la inoculación con una especie de hongo en una muestra de azulejos para el suelo de cemento que no comprende agente antimicrobiano y no ofrece resistencia al crecimiento de los hongos.

La Figura 2 es una fotografía después de la inoculación con una especie de hongo en una muestra de azulejos para el suelo de cemento que comprende un agente antimicrobiano de acuerdo con la presente invención y presenta resistencia al crecimiento de los hongos.

La Figura 3 es una fotografía después de la inoculación con una especie de hongo en una muestra de azulejos para el suelo de cemento que comprende un antimicrobiano de acuerdo con la presente invención y presenta resistencia al crecimiento de hongos.

La Figura 4 es una fotografía después de la inoculación con una especie de hongo en una muestra de azulejos para el suelo de cemento que comprende un antimicrobiano de acuerdo con la presente invención y presenta resistencia al crecimiento de hongos.

35 La Figura 5 es una fotografía después de la inoculación con una especie de hongo en una muestra de azulejos para el suelo de cemento que comprende un agente antimicrobiano de comparación y presenta algunos signos de crecimiento de hongos.

La Figura 6 es una fotografía después de la inoculación con una especie de hongo en una muestra de azulejos para el suelo de cemento que comprende un agente antimicrobiano de comparación y presenta algunos signos de crecimiento de hongos.

La Figura 7 es una fotografía después de la inoculación con una especie de hongo en una muestra de azulejos para el suelo de cemento que comprende un agente antimicrobiano de comparación y presenta algunos signos de crecimiento de hongos.

Descripción detallada de la invención

La presente invención es aplicable a una variedad de compuestos que comprenden agregados naturales tales como mármol, granito, cuarzo, feldespatos, cuarcita y sus mezclas. Dichos compuestos se utilizan cada vez más como sustitutos para losas sólidas de piedra natural debido a que son más económicos y se pueden manipular para conseguir características estructurales y estéticas específicas.

Como se utiliza en el presente documento, el término "agregado natural" significa principalmente piedra natural y minerales triturados. Específicamente, el término "agregado natural" se entiende que incluye agregados que comprenden mármol, granito, cuarzo, feldespatos, cuarcita y sus mezclas. Asimismo, el término "agente de relleno" se entiende que incluye materiales que con frecuencia se añaden a la composición para proporcionar características particulares. Dichos "agentes de relleno" incluyen sílice de pirólisis, arena, arcilla, cenizas volantes, carbonato de calcio, cerámica rota, mica, escamas de silicato, vidrio roto, perlas de vidrio, esferas de vidrio, fragmentos de espejo, granalla de acero, granalla de aluminio, carburos, cuentas de plástico, caucho granulado, compuestos de polímeros molidos (por ejemplo, compuestos acrílicos que encierran limaduras de cobre), virutas de madera, serrín, laminados de papel, pigmentos, colorantes, y sus mezclas.

En términos amplios, la divulgación es una mejora de un material estructural que tiene un aspecto similar a la piedra natural. En una de las realizaciones más básicas de la divulgación, se trata de un material compuesto adecuado para formar productos de losas de cemento que tienen un aspecto similar al de la piedra natural. El material

comprende un agregado natural que tiene un tamaño de partícula predeterminado y controlado, una matriz de cemento, y un agente antimicrobiano que es tolil diyodometil sulfona. El material también puede comprender un plastificante y uno o más agentes de relleno.

- 5 La invención también engloba un procedimiento para la preparación del material compuesto reivindicado y para la preparación de productos a partir del material compuesto. El procedimiento reivindicado es una mejora de procedimientos para la preparación de piedra artificial de cemento. En términos amplios, el procedimiento reivindicado comprende las etapas de obtención de un agregado natural que tiene un tamaño de partícula predeterminado; la preparación de una matriz de cemento que comprende una suspensión de agua y cemento y una cantidad de aditivo plastificante; la mezcla del agregado y de la matriz de cemento; la adición de una cantidad de un agente antimicrobiano al agregado y la matriz de cemento; la extensión de la matriz de agregado, matriz de cemento, y agente antimicrobiano en un dispositivo de conformación; la desaireación de la mezcla extendida de agregado, matriz de cemento, y agente antimicrobiano poniendo la mezcla extendida al vacío; la aplicación de un movimiento vibratorio a la mezcla desaireada mientras la mezcla desaireada está al vacío; y la curación de la mezcla extendida y desaireada para formar un producto de cemento, donde el agente antimicrobiano es tolil diyodometil sulfona.

Volviendo ahora a los detalles del procedimiento reivindicado, las variables inherentes a los procedimientos de preparación de piedra artificial (por ejemplo, el tipo y cantidad de agregado natural utilizado, el tipo y cantidad de matriz de cemento, el uso de agentes de relleno, el grosor del producto final, etc.) impiden una discusión en profundidad de cada posible permutación de las variables. No obstante, los expertos en la materia están familiarizados con los conceptos básicos del procesamiento de la piedra artificial y la manipulación de las diversas variables para conseguir resultados deseados. Por consiguiente, los expertos en la materia son perfectamente capaces de tomar las enseñanzas de la presente divulgación y modificar dichas enseñanzas y el procesamiento subyacente de la piedra natural para conseguir un resultado deseado sin experimentación innecesaria. La siguiente descripción se ofrece como ejemplo de cómo se puede incorporar la invención a un procesamiento típico de la piedra artificial. La siguiente descripción es sólo un ejemplo y no se debe interpretar como una limitación indebida del alcance de la invención.

30 De acuerdo con la presente invención, los materiales compuestos se fabrican en un procedimiento racionalizado. El agregado natural de unas dimensiones adecuadas, una matriz de cemento, y un agente antimicrobiano, que es tolil diyodometil sulfona, se mezclan y se distribuyen en un molde y a continuación se someten a la aplicación simultánea de vacío y vibración para provocar que la mezcla se fragüe de una forma rápida y predeterminada. Ahora se explorará con más detalle cada aspecto de este procedimiento.

35 El procedimiento de acuerdo con la invención comprende la obtención de un agregado natural que tiene un tamaño de partícula predeterminado. Las realizaciones preferidas del procedimiento también incluyen la etapa de calcular la relación de vacío (fracción hueca) del agregado por las razones descritas a continuación.

40 El agregado natural adecuado para su utilización en la invención incluye piedra natural y minerales triturados. En realizaciones preferidas el agregado natural se selecciona del grupo constituido por cuarzo, granito, feldespato, mármol, cuarcita, y sus mezclas. El mármol, granito y cuarzo son particularmente preferidos. El tamaño de las partículas individuales del agregado puede variar dependiendo del uso final del material compuesto y en última instancia estará limitado por el tamaño del aparato utilizado. Los aparatos adecuados, como aquellos descritos en la patente de Estados Unidos 6.355.191 están disponibles en el mercado y no se describen con detalle en el presente documento. En un procedimiento preferido, el tamaño medio de las partículas individuales del agregado se mantiene por debajo de 100 mm aproximadamente, preferentemente por debajo de 25 mm aproximadamente, y lo más preferentemente por debajo de 10 mm aproximadamente. El agregado con un tamaño medio de partícula entre 0,1 mm aproximadamente y 6 mm aproximadamente es particularmente preferido.

50 El tamaño de partícula es importante para entender plenamente los beneficios de la invención, debido a la relación única entre el espacio vacío del agregado y la cantidad y tipo de matriz de cemento necesaria para unir el agregado. En términos muy generales, mucha o poca matriz de cemento da como resultado un producto de mala calidad que tiene propiedades mecánicas no deseables. Asimismo, la relación de agua a cemento en la matriz de cemento debe estar en un intervalo deseado para proporcionar la fluidez necesaria a la matriz para que ocupe el espacio vacío del agregado. La patente de Estados Unidos 6.355.191 ofrece una descripción detallada de esta interacción entre el agregado, el cemento, y el agua y se incorpora en su totalidad en el presente documento por referencia. Como ayuda al lector se ofrece un sumario de esta descripción.

60 Si el material granulado de partida procede de la misma fuente y es más o menos homogéneo, se prefiere que el material se muele hasta un tamaño de partícula máximo no superior a 6 mm (aunque, en algunos casos, este tamaño máximo puede alcanzar los 8 mm).

65 Si por el contrario, el material granulado de partida no es homogéneo, o si se mezclan diferentes materiales de piedra para conseguir un color o efecto particular, la composición del material granulado de partida se puede disponer previamente mediante la aplicación de una de las fórmulas habituales para calcular la composición y la

distribución del tamaño de partículas utilizadas en materia de productos de cemento con referencia al componente inerte.

5 Los ejemplos de estas fórmulas son la fórmula de Fuller-Thompson, o la fórmula de Bolomey. Para la fórmula de Fuller-Thomson, consulte N. B. Fuller, S. E. Thompson, Transactions ASCE, 59, 67 (1907). Para la fórmula de Bolomey, consulte J. Bolomey, Revue Mater, Costr. Trav. Publ., ed. C, pág. 147 (1947) en cuanto a la fórmula de Bolomey, y se discuten, por ejemplo, en M. Colleparidi, Scienza e Tecnologia del calcestruzzo, (Ciencia y Tecnología del Hormigón) pp 292-303, editor Hoepli.

10 Una vez que se ha identificado el material granulado de partida y su composición y distribución de tamaño de partículas, se puede calcular su fracción de vacío, por ejemplo, mediante la fórmula 7.12 del texto indicado anteriormente.

15 La cantidad de mezcla de unión de cemento que teóricamente es suficiente para rellenar los vacíos e intersticios se puede identificar en base a esta fracción de vacío. Los expertos en la materia están familiarizados con el concepto y se describe con detalle en la patente de Estados Unidos 6.355.191. En realizaciones preferidas, la cantidad de matriz de cemento utilizada estará ligeramente en exceso con respecto a la cantidad teórica; normalmente un 10% superior aproximadamente a la cantidad teórica.

20 La cantidad relativa de agregado natural en el material compuesto puede variar dependiendo del uso final del producto. En la mayoría de los casos el agregado natural comprenderá entre el 65% aproximadamente y el 85% en peso aproximadamente de la composición total. En realizaciones preferidas, el agregado natural comprenderá entre el 70% aproximadamente y el 75% en peso aproximadamente de la composición total.

25 Además del agregado natural, se puede añadir un agente de relleno al agregado y a la mezcla aglutinante. El agente de relleno puede comprender cualquier material tradicional añadido a las mezclas de cemento para dar volumen y resistencia. Los agentes de relleno habituales adecuados para su utilización en la invención incluyen sílice de pirólisis, arena, arcilla, cenizas volantes, cerámica rota, mica, escamas de silicato, vidrio roto, perlas de vidrio, esferas de vidrio, fragmentos de espejo, granalla de acero, granalla de aluminio, carburos, cuentas de plástico, caucho granulado, compuestos de polímeros molidos (por ejemplo, compuestos acrílicos que encierran limaduras de cobre), virutas de madera, serrín, laminados de papel, pigmentos, colorantes, y sus mezclas.

35 La cantidad relativa de agente de relleno utilizada en la práctica de la invención también es variable y depende del uso final del producto. Con frecuencia se añaden a la mezcla agentes de relleno, tales como colorantes, para ayudar a conseguir un aspecto de superficie uniforme. De hecho, con frecuencia los colorantes proporcionan un vehículo útil para otros agentes de relleno y aditivos tales como estabilizantes UV que habitualmente se añaden a composiciones destinadas para aplicaciones al aire libre. Dada la amplia variedad de agentes de relleno que se pueden utilizar en la práctica de la invención, la cantidad de agente de relleno en la composición general puede variar entre el 0% o una cantidad minúscula hasta el 12% en peso aproximadamente. El agente de relleno no debe estar presente en cantidades suficientes para reducir la eficacia del producto final. Los expertos en la materia de los procedimientos de la piedra artificial conocen las diversas consideraciones que rigen la utilización de agentes de relleno en este procedimiento.

45 El procedimiento de acuerdo con la invención también comprende la etapa de preparación de una matriz de cemento que comprende una mezcla de cemento y agua.

50 En realizaciones preferidas, la matriz de cemento se prepara a partir de partes aproximadamente iguales, en volumen, de cemento y agua. Esta mezcla equivale a una mezcla que tiene 0,32 partes en peso aproximadamente de agua en relación al peso de cemento. En la práctica, la matriz de cemento puede tener un contenido de agua de entre 0,25 aproximadamente y 0,36 partes en peso aproximadamente en relación al peso de cemento, preferentemente entre 0,28 aproximadamente y 0,32 partes en peso aproximadamente. Preferentemente la matriz de cemento se complementa con una cantidad de aditivo plastificante conocido para suspensiones de cemento de manera que, cuando la mezcla se vierte sobre una superficie con el fin de realizar un "mini ensayo de asentamiento", tiene una fluidez tal que la mezcla se dispone en una capa muy fina con una forma redondeada que tiene un diámetro de 20 cm aproximadamente y no hay separación aparente entre el agua y el cemento, con la deposición del cemento en la parte inferior del molde y la aparición del agua sobre la superficie. La matriz de cemento comprende entre el 15% aproximadamente y el 35% en peso aproximadamente de la composición total, más preferentemente entre el 20% aproximadamente y el 30% en peso aproximadamente de la composición total.

60 La expresión "mini ensayo de asentamiento" significa la forma simplificada del ensayo de asentamiento de acuerdo con el procedimiento definido en las normas UNI 9418. Este ensayo se describe con mayor detalle en la patente de EE.UU. N° 6.355.191.

65 El procedimiento de la presente invención prosigue con la mezcla íntima del agregado y de la matriz de cemento. La cantidad de matriz de cemento utilizada se encuentra ligeramente en exceso con respecto a la fracción de vacío teórica calculada del material granulado. Este exceso no debe ser tal que dé lugar, tras completar el procedimiento,

a la formación de una capa independiente constituida por cemento solo sobre una de las dos caras del producto. En la práctica, el exceso normalmente es del orden del 10% del volumen inicial de la mezcla de unión de cemento en relación con el volumen total de la mezcla de material granulado y la mezcla de unión de cemento.

5 La mezcla se puede realizar al vacío. Con frecuencia la aplicación de vacío es deseable en ciertas circunstancias (por ejemplo, cuando el producto final tenga un grosor superior a 5 cm aproximadamente) y se prefiere en la mayoría de aplicaciones. Si se utiliza vacío, debe ser un vacío controlado y aplicado a un nivel que no provoque la ebullición del agua en la matriz de cemento. En esta etapa se prefiere un grado de vacío por debajo de 70 mm de Hg.

10 El procedimiento además comprende la etapa de adición de un agente antimicrobiano al agregado y la matriz de cemento. Es posible añadir el agente antimicrobiano mediante la adición de una carga de líquido antimicrobiano durante la fase de adición del agua o en forma de polvo durante la mezcla del cemento en seco.

15 La tolil diyodometil sulfona está disponible en el mercado como MICROBAN ADDITIVE AF™ en Microban Products Company de Huntersville, Carolina del Norte. Triclosán está disponible en el mercado como MICROBAN ADDITIVE B™ en Microban Products Company de Huntersville, Carolina del Norte. La piritiona de cinc está disponible en el mercado como MICROBAN ADDITIVE ZO1™ en Microban Products Company de Huntersville, Carolina del Norte. Las isotiazalinonas tales como Butyl-BIT, DCOIT y OIT están disponibles en el mercado como MICROBAN ADDITIVE LB3™, MICROBAN ADDITIVE LB5™, y MICROBAN ADDITIVE LB6™, respectivamente, en Microban Products Company de Huntersville, Carolina del Norte. Los agentes antimicrobianos anteriores están disponibles en el mercado a través de Microban Products Company de Huntersville, Carolina del Norte, así como de otros proveedores.

25 La cantidad de agente microbiano en el material estructural compuesto puede variar dependiendo del tipo y cantidad de agregado natural, la matriz de cemento, cualquier agente de relleno, u otros aditivos encontrados en el material compuesto. Las directrices principales para determinar la cantidad necesaria de agente antimicrobiano son que se debe añadir agente suficiente a la composición para ofrecer un grado de eficacia aceptable a nivel comercial frente a la preocupación de los agentes microbianos.

30 En realizaciones preferidas, el agente antimicrobiano debe estar presente en la composición a un nivel de al menos 500 ppm en base al peso total de la composición. Los factores de coste normalmente establecen el límite superior de la cantidad de agente antimicrobiano en el 1% en peso aproximadamente (es decir, 10.000 ppm). En la mayoría de los casos, las concentraciones de agente antimicrobiano en el producto final estarán entre 100 ppm aproximadamente y 10.000 ppm aproximadamente, más preferentemente entre 500 ppm aproximadamente y 1500 ppm aproximadamente en base al peso del producto curado.

35 Se debe entender que en ciertas situaciones, la cantidad preferida de agente antimicrobiano se puede desviar de las presentadas en este documento. Sin embargo, los expertos en la materia deben ser capaces de tomar las enseñanzas de esta invención y realizar los ajustes necesarios sin experimentación indebida.

40 El agente antimicrobiano se puede añadir a la composición de diversas maneras. El procedimiento de adición particular del agente antimicrobiano dependerá del proceso general y del equipo utilizado. Sin embargo, en general, el agente antimicrobiano se puede añadir de una de las dos maneras - directamente o mediante un vehículo.

45 Por ejemplo, el agente antimicrobiano se puede añadir directamente al agregado/mezcla de cemento antes de que la mezcla se ponga en el molde. De forma alternativa, el agente antimicrobiano se puede añadir durante la preparación de la matriz de cemento. Un ejemplo sería la mezcla previa del agente antimicrobiano con el cemento antes de la adición del agua.

50 De forma alternativa, se podría preparar un lote madre del agente antimicrobiano concentrado que a continuación se introduce en el procedimiento en el punto adecuado. Un ejemplo de dicho lote madre sería la mezcla del agente antimicrobiano con un colorante. En este aspecto los lotes madre de triclosán y colorante históricamente han funcionado bien.

55 El procedimiento además comprende la etapa de extensión de la mezcla resultante en un molde o dispositivo de conformación similar para formar una capa que tiene un grosor deseado. La etapa de extensión preferentemente se realiza al vacío si la mezcla ha tenido lugar al vacío. El grosor de la capa puede oscilar desde menos de 1 mm hasta varios centímetros. En la mayoría de los usos finales se prefieren grosores comprendidos entre 15 aproximadamente y 20 mm aproximadamente.

60 Una vez que la mezcla de agregado y matriz de cemento se haya extendido en un dispositivo de conformación, la mezcla extendida se somete a muy alto vacío durante un periodo muy corto, pero que es suficientemente prolongado para producir sustancialmente la desaireación completa de cualquier intersticio y para retirar todo el aire restante incorporado en la mezcla de partida. En realizaciones preferidas, el vacío no debe ser inferior a 40 mm de Hg.

65

Esta etapa de desaireación debe ser muy corta y, en ensayos experimentales se ha encontrado que preferentemente no debe durar más de 20 segundos. Esta duración corta es necesaria para impedir la ebullición del agua. Las burbujas pueden provocar la compactación imperfecta que es perjudicial para las propiedades mecánicas del producto. Para productos que tienen un grosor superior a 5 cm puede ser necesaria una desaireación más prolongada.

Tras completar la etapa de desaireación, el molde se somete a vibración a una frecuencia predeterminada, preferentemente comprendida entre 2000 aproximadamente y 4800 ciclos/min aproximadamente para una duración comprendida entre unos pocos segundos y varios minutos, normalmente menos de 3 minutos. La mezcla preferentemente se mantiene al vacío, pero a un nivel inferior al de la etapa previa. En el caso de losas que tienen un grosor inferior a 5 cm, la aplicación del movimiento vibratorio debe durar alrededor de 60 segundos. Se puede encontrar información adicional relativa a la etapa de vibración en la patente de Estados Unidos 6.355.191.

Después de la vibración y desaireación, el dispositivo de conformación se transfiere a una sección de fraguado y curación inicial.

En la mayoría de los casos el fraguado y endurecimiento inicial se produce 8 horas después de la vibración aproximadamente. El endurecimiento completo hasta un grado suficiente para la retirada mecánica del producto del dispositivo de conformación en general se produce en 24 horas.

Después de que el producto se haya retirado del dispositivo de conformación, se almacena para su curación. Para obtener los mejores resultados, se deben tomar medidas para impedir la evaporación del agua del producto en curación. Cubrir o encerrar el producto en un material impermeable puede evitar dicha evaporación.

La etapa de curación preferentemente dura al menos 7 días. Después de esta etapa es posible cortar o serrar el producto o realizar otras operaciones de acabado.

En el caso de productos que tienen un grosor superior a 5 cm, la etapa de curación inicial debe durar al menos 8 horas, seguida de una fase de curación final en dos etapas. La primera etapa dura 7 días aproximadamente en la que el producto se protege para evitar la evaporación del agua. La segunda etapa dura tanto como sea necesario para completar la curación.

Los expertos en la materia se darán cuenta de que la etapa de curación no es una etapa "por tramos" sino un acontecimiento que se produce en un continuo. De hecho, se puede producir algo de curación ya en la etapa de mezcla. No obstante, para facilitar la descripción, normalmente se considera la etapa de curación como una etapa separada debido a que habitualmente es la etapa que limita la velocidad del procedimiento y debido a que la velocidad de curación se puede ajustar con el ajuste de los parámetros del procedimiento.

Tras completar la etapa de curación, el material curado se conforma en un producto final. Dichos productos incluyen mesas, encimeras, revestimientos arquitectónicos, calzadas, decoraciones para el hogar, muebles de patio, piedra decorativa, azulejos interiores y exteriores, suelos, mantos, accesorios de baño, revestimientos de pared, tablas de cortar, lavabos, duchas, bañeras y estructuras de piedra de imitación, entre otros.

Ejemplos

Se prepararon muestras de azulejos de suelo en un lote mezclando cemento en polvo seco, agregado natural, un agente antimicrobiano (si se indica que está presente, a continuación) y agua con el fin de preparar una suspensión. La cantidad de agente antimicrobiano añadido se basó en el peso total del lote. La suspensión se puso en un molde. Los azulejos se fraguaron y se curaron.

Los azulejos para suelo de cemento verde que comprenden MICROBAN ADDITIVE AF™ a niveles que oscilan entre 500 ppm y 1000 ppm se sometieron a ensayo y se encontró que era muy eficaces previniendo el crecimiento de *Aspergillus niger* sobre las superficies de los azulejos. MICROBAN ADDITIVE AF™ está disponible en el mercado a través de Microban Products Company de Huntersville, Carolina del Norte.

Se sometieron a ensayo azulejos para suelo de cemento verde que comprenden MICROBAN ADDITIVE ZO1™ a niveles que oscilan entre 500 ppm y 1000 ppm y se encontró que ofrecen un rendimiento antifúngico peor.

Como control, se sometió a ensayo un azulejo para suelo de cemento verde que no contiene aditivos antimicrobianos. Se encontró que el control no ofrece resistencia a los hongos puesto que estaba poblado de hongos con toda libertad.

Todos los azulejos para suelo de cemento se sometieron a ensayo utilizando el Ensayo antifúngico AATCC 30 Part III que se incorpora en el presente documento por referencia. El organismo a ensayo era *Aspergillus niger*, AATCC 6275. El periodo de incubación fue de siete días. Antes de cultivar en placa, las muestras se neutralizaron mediante la inmersión continua en HCl 0,1 M. Esto fue suficiente debido a que el elevado pH intrínseco del sustrato de

cemento puede interrumpir el crecimiento fúngico por sí mismo. La inmersión también simuló una muestra de azulejo "envejecida" en la que la alcalinidad de la superficie ha sido neutralizada con el tiempo por el dióxido de carbono del aire y la humedad ambiente. A cada nivel de ensayo, las muestras se cultivaron en placa por duplicado para evaluar la consistencia y reproducibilidad del comportamiento antifúngico.

5 La Figura 1 es una fotografía de una muestra de un azulejo para suelo de cemento utilizada como control que se expuso a *Aspergillus niger* y no tenía aditivos antimicrobianos en la muestra. La superficie del azulejo control mostraba evidencias significativas de crecimiento y propagación de hongos. Cada pequeña mancha oscura en la fotografía consistía en una estructura de fructificación de hongos bien desarrollada. El organismo fúngico parecía estar saludable y formar una red. La muestra de control no presentaba resistencia antifúngica.

10 La Figura 2 es una fotografía de una muestra de azulejo para suelos de cemento que comprende 500 ppm de MICROBAN ADDITIVE AF™. La superficie de la muestra de azulejos para suelo de cemento estaba extremadamente limpia y no presentaba signos de crecimiento fúngico.

15 La Figura 3 es una fotografía de una muestra de azulejos para suelo de cemento que comprende 750 ppm de MICROBAN ADDITIVE AF™. Una de las réplicas tenía una superficie completamente libre de crecimiento de hongos mientras que la otra réplica presentaba algunos signos muy pequeños de crecimiento de hongos. Estos puntos se pueden atribuir a la mezcla incompleta del aditivo MICROBAN ADDITIVE AF™ durante el ensayo.

20 La Figura 4 es una fotografía de una muestra de azulejos para suelo de cemento que comprende 1000 ppm de MICROBAN ADDITIVE AF™. Las muestras que comprenden 1000 ppm de MICROBAN ADDITIVE AF™ estaban completamente libres de crecimiento fúngico.

25 La Figura 5 es una fotografía de una muestra de azulejos para suelo de cemento que comprende 500 ppm de MICROBAN ADDITIVE ZO1™. Al microscopio óptico, las superficies del azulejo mostraban signos de crecimiento fúngico.

30 La Figura 6 es una fotografía de una muestra de azulejos para suelo de cemento que comprende 750 ppm de MICROBAN ADDITIVE ZO1™. Las superficies del azulejo mostraban signos de crecimiento fúngico.

35 La Figura 7 es una fotografía de una muestra de azulejo para suelos de cemento que comprende 1000 ppm de MICROBAN ADDITIVE ZO1™. Una de las réplicas de la muestra que comprende 1000 ppm de MICROBAN ADDITIVE ZO1™ tenía una superficie relativamente limpia, pero la réplica mostrada en la Figura 7 presentaba un gran crecimiento fúngico.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de un producto de cemento que tiene propiedades antimicrobianas, el procedimiento que comprende:
- 5 la preparación de una matriz de cemento que comprende una suspensión de agua y cemento y un aditivo plastificante;
la mezcla de un agregado natural y la matriz de cemento;
la adición de un agente antimicrobiano al agregado y la matriz de cemento;
- 10 la extensión de la mezcla de agregado, matriz de cemento, y agente antimicrobiano en un dispositivo de conformación;
la desaireación de la mezcla extendida de agregado, matriz de cemento, y agente antimicrobiano poniendo la mezcla extendida al vacío;
la aplicación de un movimiento vibratorio a la mezcla desaireada mientras la mezcla desaireada está al vacío; y
- 15 la curación de la mezcla extendida y desaireada para formar un producto de cemento, donde el agente antimicrobiano es toliil diyodometil sulfona y está presente en el agregado y la matriz de cemento en una cantidad comprendida entre 100 ppm y 10.000 ppm.
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde el agregado natural comprende entre el 65 y el 85% en peso de la mezcla total.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, donde el agregado natural comprende entre el 70% y el 75% en peso de la mezcla total.
- 25 4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde el agregado natural comprende cuarzo, granito, feldespato, mármol, cuarcita, o sus mezclas.
5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que además comprende:
- 30 la combinación del agregado natural con un agente de relleno seleccionado del grupo que consiste en sílice de pirólisis, arena, arcilla, cenizas volantes, cemento, cerámica rota, carbonato de calcio, mica, escamas de silicato, vidrio roto, perlas de vidrio, esferas de vidrio, fragmentos de espejo, granalla de acero, granalla de aluminio, carburos, cuentas de plástico, caucho granulado, compuestos de polímeros molidos, virutas de madera, serrín, laminados de papel, pigmentos, colorantes, y sus mezclas.
- 35 6. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde el agente antimicrobiano se añade al cemento antes de formar la matriz de cemento.
7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde el agregado natural tiene un tamaño medio de partícula comprendido entre 0,1 mm y 0,6 mm.
8. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde la matriz de cemento tiene un contenido de agua comprendido entre 0,25 y 0,36 partes en peso en relación con el peso del cemento.
- 45 9. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde la matriz de cemento está presente en una cantidad en exceso con respecto a la cantidad teórica de matriz de cemento necesaria para el agregado natural.
10. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde la desaireación comprende la puesta de una mezcla extendida a un vacío no inferior a 5,33 kPa (40 mm de Hg).
- 50 11. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, donde el vacío se realiza durante un periodo comprendido entre 10 segundos y 600 segundos.
12. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde el movimiento vibratorio se produce con una frecuencia comprendida entre 2000 ciclos por minuto y 4800 ciclos por minuto a un vacío de entre 9,33 kPa (70 mm de Hg) y 10,67 kPa (80 mm de Hg) durante al menos 10 segundos.
- 55 13. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde la extensión de la mezcla comprende extender la mezcla hasta un grosor no inferior a 5 cm.
- 60 14. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde el agente antimicrobiano está presente en la matriz de cemento antes de mezclar la matriz de cemento con el agregado.
15. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que además comprende:
- 65 la formación de un producto acabado a partir del producto de cemento.

16. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 15, donde el producto acabado es un azulejo, una mesa, una encimera, un revestimiento arquitectónico, una calzada, una decoración para el hogar, muebles de patio, piedra decorativa, suelos, un manto, un revestimiento de pared, un accesorio de baño, una tabla de cortar, un lavabo, una ducha, una bañera o una estructura de piedra de imitación.

5

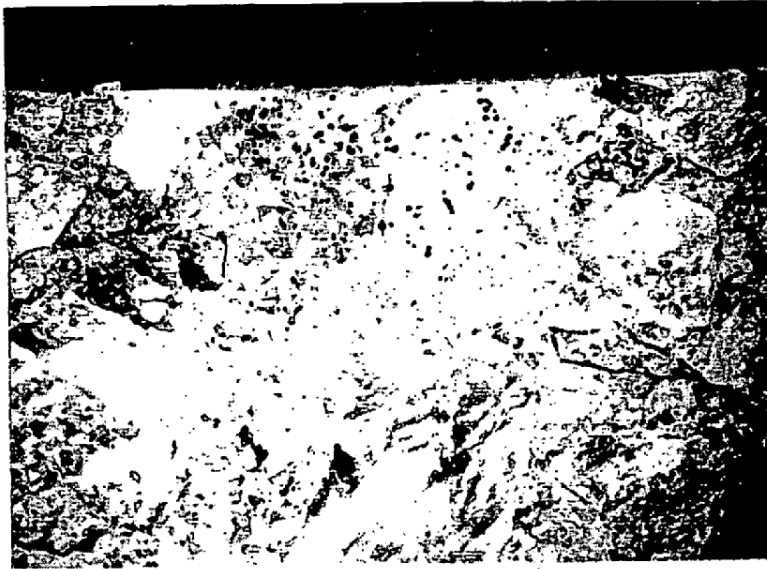


Figura 1

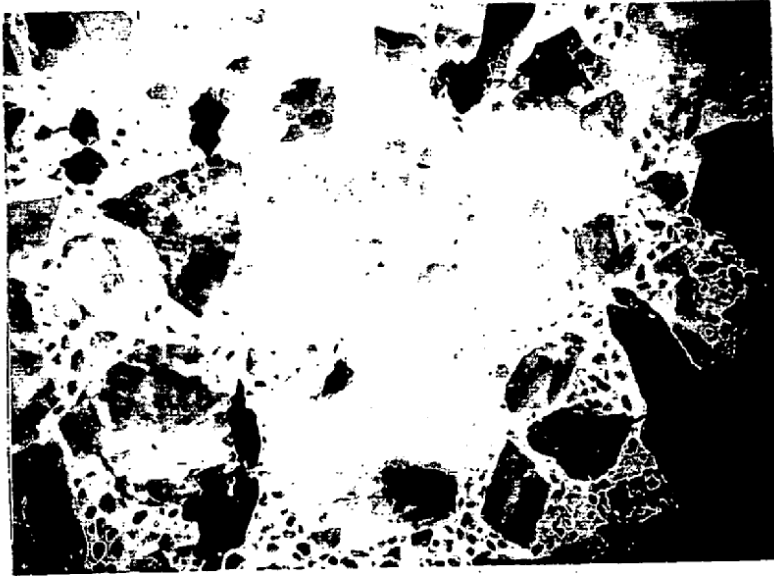


Figura 2



Figura 3

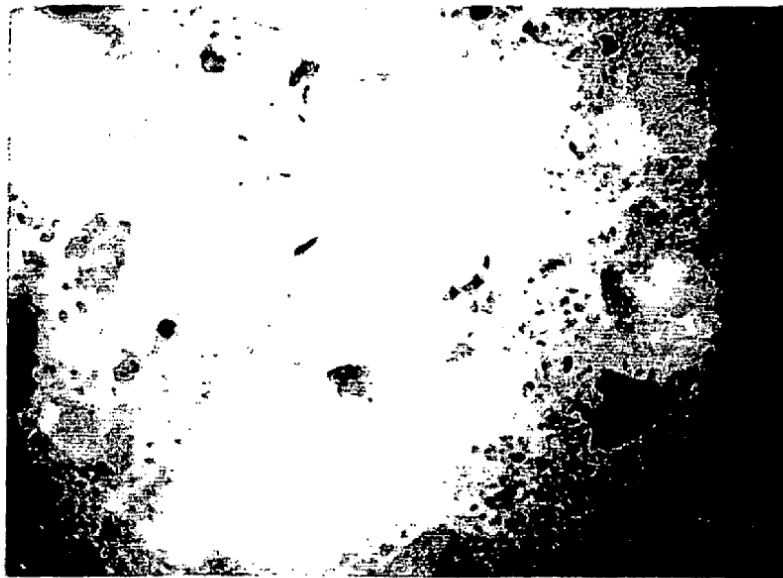


Figura 4

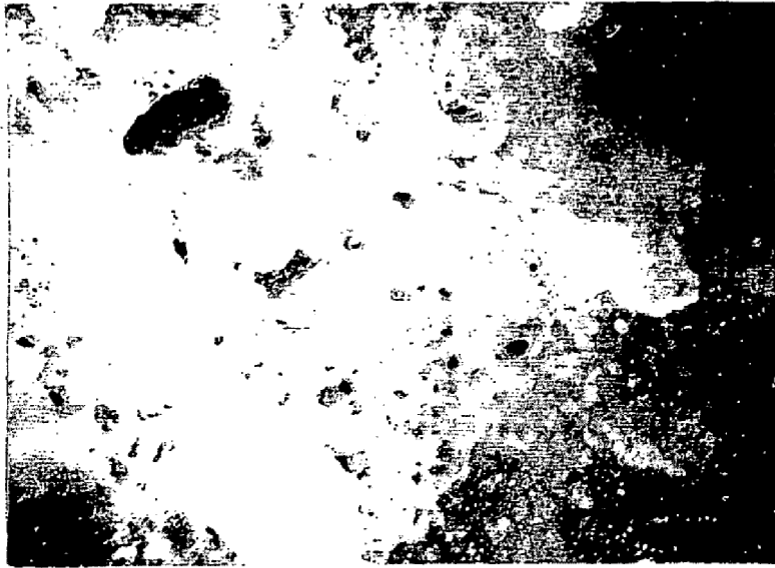


Figura 5

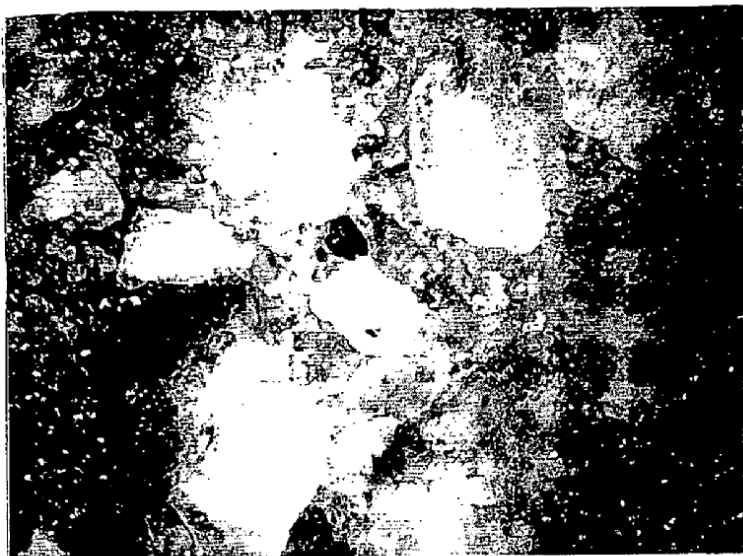


Figura 6

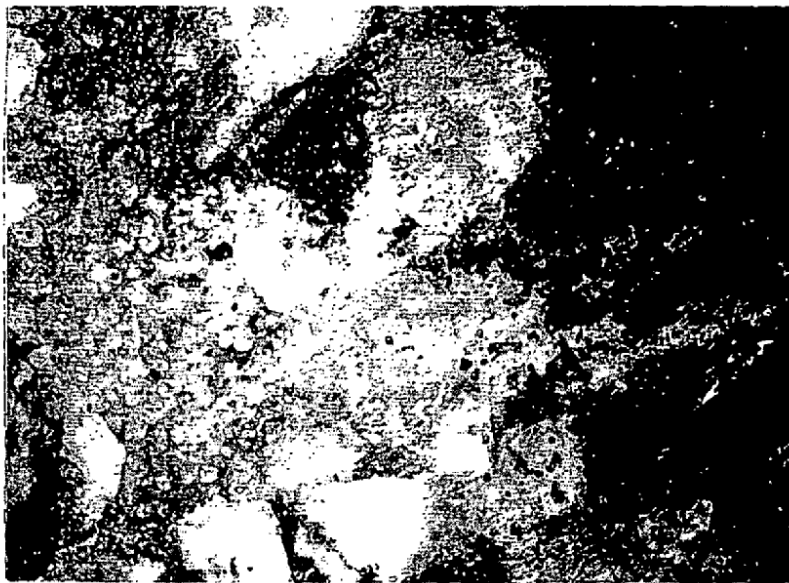


Figura 7