

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 614 648**

51 Int. Cl.:

C04B 28/02 (2006.01)

C04B 40/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.04.2008 E 08006794 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.11.2016 EP 1980544**

54 Título: **Procedimiento para producir polvo**

30 Prioridad:

06.04.2007 JP 2007100621

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

01.06.2017

73 Titular/es:

**KAO CORPORATION (100.0%)
14-10 NIHONBASHI-KAYABACHO 1-CHOME
CHUO-KU, TOKYO, JP**

72 Inventor/es:

**YAMAMURO, HOTAKA;
KOJIMA, TOSHIHARU;
MORII, YOSHIKAZU y
KOYANAGI, KOJI**

74 Agente/Representante:

MARTÍN BADAJOZ, Irene

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 614 648 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 producir polvo

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir un polvo a partir de un material viscoso que contiene compuestos específicos.

10 Antecedentes de la invención

Para modificar la reología de una solución acuosa o suspensión, se desea regular apropiadamente la viscosidad de la misma según las aplicaciones y el uso pretendidos. Para regular la viscosidad de una suspensión o solución acuosa, se han usado convencionalmente técnicas tales como adición de un espesante y un agente reductor de agua, calentamiento y enfriamiento y regulación de la concentración de electrolitos. Entre ellas, una técnica de adición de un compuesto polimérico soluble en agua a un sistema de suspensión para aumentar la viscosidad debido a entrelazamiento de moléculas de polímero ha entrado en uso práctico en una diversidad de aplicaciones y principalmente en el campo de la construcción e ingeniería civil, debido a que la técnica logra un buen efecto espesante con bajo coste.

Para suspensiones que contienen polvos hidráulicos, la técnica de adición de un compuesto polimérico soluble en agua a la suspensión para aumentar la viscosidad debido a entrelazamiento de moléculas de polímero ha entrado en uso práctico en una diversidad de aplicaciones y principalmente en un campo de ingeniería civil y construcción, debido a que la técnica logra un buen efecto espesante con bajo coste. Por ejemplo, el documento JP-A2004-189978 describe el uso de derivados de celulosa tales como metilcelulosa e hidroxietilcelulosa y el documento JP-A2005-133075 describe el uso de un compuesto polimérico soluble en agua tal como poli(óxido de etileno), que se usa en pasta, mortero, hormigón subacuático y hormigón de alta fluidez para potenciar la resistencia a la segregación del material.

El documento JP-A 2004-189978 divulga un modificador de la reología que se disuelve fácilmente en una suspensión y solución acuosa, obtenido a partir de un kit que contiene compuestos específicos (A) y (B).

El documento JP-A 2005-133075 divulga una composición de tensioactivo que contiene un tensioactivo catiónico, uno o más compuestos seleccionados del grupo que consiste en compuestos aromáticos aniónicos y compuestos bromados y un polímero catiónico, composición que presenta un buen efecto de modificación de la reología en el caso de una suspensión que contiene arcilla.

El documento JP-A2001-190942 divulga un procedimiento para producir un polvo de copolímero de ácido policarboxílico y similares, que contiene la formación de una película delgada viscosa sobre un cuerpo de soporte y la disminución de la viscosidad de la película delgada para formar un polvo.

Sumario de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir un polvo que comprende un tensioactivo catiónico (b), que incluye las etapas de mezclar agua, un compuesto aromático aniónico (a) y el tensioactivo catiónico (b) para obtener un material viscoso y secar el material viscoso (etapa de secado), suministrándose el material viscoso, calentado a desde 50 hasta 120 °C, a la etapa de secado en el que el procedimiento es según se define en la reivindicación 1.

La presente invención también se refiere a un polvo obtenido mediante el procedimiento según la presente invención, que contiene agua en una cantidad del 5 % o menos en peso.

La presente invención también se refiere a un procedimiento para modificar la reología de una composición que contiene agua, que incluye añadir el polvo de la presente invención a la composición que contiene agua.

La presente invención también proporciona una composición hidráulica premezclada conteniendo el polvo y un polvo hidráulico y conteniendo además la composición hidráulica premezclada agregados.

La presente invención también proporciona el uso del polvo mostrado anteriormente para producir una composición hidráulica premezclada que contiene un polvo hidráulico; uso del polvo mostrado anteriormente para producir una composición hidráulica premezclada que contiene un polvo hidráulico y agregados; y un procedimiento para producir una composición hidráulica premezclada que contiene un polvo hidráulico que incluye mezclar el polvo mostrado anteriormente con un polvo hidráulico o un procedimiento para producir una composición hidráulica premezclada que contiene un polvo hidráulico y agregados, que incluye mezclar el polvo mostrado anteriormente con un polvo hidráulico y agregados.

mezcla equimolar de (a) y (b) es 100 mPa·s o más, más preferiblemente 200 mPa·s o más e incluso más preferiblemente 500 mPa·s o más. En el contexto, la viscosidad se mide con un viscosímetro Brookfield (con rotor C o rotor n.º 3 a desde 1,5 rpm hasta 12 rpm) a 20 °C.

5 El material viscoso usado en la presente invención contiene el tensioactivo catiónico (b) en una cantidad del 1 al 40 % en peso, preferiblemente del 5 al 30 % en peso y más preferiblemente del 10 al 20 % en peso. El material viscoso contiene el compuesto aromático aniónico (a) en una cantidad del 1 al 35 % en peso, preferiblemente del 5 al 25 % en peso y más preferiblemente del 7 al 15 % en peso. La parte residual del material viscoso es agua.

10 <Polímero catiónico (c)>

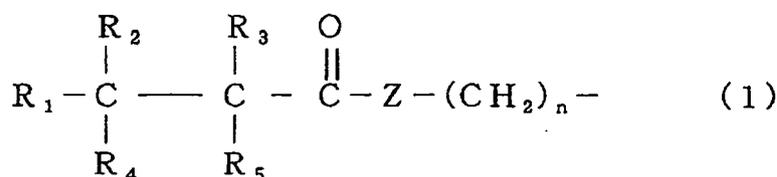
El material viscoso usado en la presente invención contiene preferiblemente el polímero catiónico para obtener un polvo fino que tiene buenas propiedades. Los ejemplos del polímero catiónico (c) incluyen polímeros catiónicos que contienen nitrógeno catiónico, polímeros catiónicos que contienen además una estructura de sal cuaternaria en las moléculas y particularmente polímeros catiónicos que contienen nitrógeno catiónico que es nitrógeno cuaternario.

15 Los ejemplos del polímero catiónico (c) incluyen homopolímeros de (met)acrilato de dimetilaminoetilo, (met)acrilato de dimetilaminopropilo, (met)acrilamidaetildimetilamina, (met)acrilamidapropildimetilamina, alilamina, alilmetilamina, alildimetilamina, dialilamina y dialilmetilamina y copolímeros de estos monómeros con otros monómeros. Pueden usarse en forma neutralizada o en forma no neutralizada.

20 Los ejemplos del polímero catiónico (c) también incluyen polialquilenpoliaminas tales como dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina, dipropilentiamina y tripropilentetramina y polímeros obtenidos añadiendo óxidos de alquileo que tienen de 2 a 4 átomos de carbono a polialquilenpoliaminas. Pueden usarse en forma neutralizada o en forma no neutralizada.

Además, polietileniminas y polímeros obtenidos añadiendo óxidos de alquileo que tienen de 2 a 4 átomos de carbono a polietileniminas pueden usarse como el polímero catiónico (c).

30 El polímero catiónico (c) contiene preferiblemente nitrógeno catiónico y más preferiblemente contiene nitrógeno catiónico unido a un grupo seleccionado de un grupo alquilo que tiene de 1 a 22 átomos de carbono, un grupo polioxialquileo que contiene un grupo oxialquileo que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, un átomo de hidrógeno y un grupo representado por la fórmula (1):



35 (en la que, R¹ a R⁵, que pueden ser iguales o diferentes, representan cada uno un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo o alquenilo que tiene de 1 a 22 átomos de carbono; Z representa -O- o -NY- (Y es un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono); y n representa el número desde 1 hasta 10; en la que, R¹ y R³ pueden integrarse en la estructura del polímero y en este caso, R¹ y R³ no existen).

40 Los ejemplos de un compuesto a partir del que se deriva el grupo representado por la fórmula (1) incluyen sales de metacrililoixietiltrimetilamonio, sales de metacrililoixietildimetiletilamonio, sales de metacrililoixipropiltrimetilamonio, sales de metacrililoixipropildimetiletilamonio, sales de metacrilamidaetiltrimetilamonio, sales de metacrilamidaetildimetiletilamonio, sales de metacrilamidapropiltrimetilamonio, sales de metacrilamidapropildimetiletilamonio, sales de acrililoixietiltrimetilamonio, sales de acrililoixietildimetiletilamonio, sales de acrililoixipropiltrimetilamonio, sales de acrililoixipropildimetiletilamonio, sales de acrilamidaetiltrimetilamonio, sales de acrilamidaetildimetiletilamonio, sales de acrilamidapropiltrimetilamonio y sales de acrilamidapropildimetiletilamonio. Entre las mismas, se prefieren sales de alquilsulfato y particularmente sales de etilsulfato y metilsulfato.

45 También se prefiere el polímero catiónico (c) que contiene nitrógeno catiónico derivado de una sal de dialilalquilamonio, preferiblemente una sal de dialildimetilamonio. Los ejemplos específicos incluyen copolímeros de una sal de dialildimetilamonio y un monómero de acrilato.

50 Los ejemplos del polímero catiónico (c) también incluyen los que tienen estructuras derivadas de monómeros seleccionados de monómeros de (met)acrilato que tienen grupos catiónicos, monómeros de estireno que tienen grupos catiónicos, monómeros de vinilpiridina, monómeros de vinilimidazolina y monómeros de dialildialquilamina.

60 Los ejemplos de un contraión para el polímero catiónico (c) incluyen iones aniónicos tales como iones de halógeno,

iones de ácido sulfúrico, iones de ácido alquilsulfúrico, iones de ácido fosfórico e iones de ácido orgánico.

Los ejemplos específicos del polímero catiónico (c) incluyen sales de polialiltrialquilamonio tales como sales de polialiltrimetilamonio, poli(sales de dialildimetilamonio), sales de polimetacrililoixietildimetilamonio, sales de polimetacrilamidapropiltrimetilamonio, almidón cationizado, celulosa cationizada e hidroxietilcelulosa cationizada. Pueden obtenerse polimerizando un monómero que tiene una estructura de sal cuaternaria, o cuaternizando un polímero correspondiente con un agente de cuaternización. Pueden no ser un homopolímero, sino un copolímero con un monómero copolimerizable según se necesite. Los ejemplos específicos incluyen copolímeros de sales de dialildimetilamonio-SO₂, copolímeros de sales de dialildimetilamonio-acrilamida, copolímeros de sales de dialildimetilamonio-ácido acrílico-acrilamida, copolímeros de sales de metacrililoixietildimetilamonio-vinilpirrolidona y copolímeros de sales de metacrilamidapropiltrimetilamonio-vinilpirrolidona. Pueden contener monómeros sin reaccionar, subproductos y polímeros que tienen diferentes densidades de cationización. Pueden usarse en combinación de dos o más de los mismos.

Entre los mismos, se prefieren polímeros catiónicos seleccionados de poli(sales de dialildimetilamonio), sales de polimetacrililoixietildimetilamonio, sales de polimetacrilamidapropiltrimetilamonio, copolímeros de sales de metacrililoixietildimetilamonio-vinilpirrolidona y copolímeros de sales de metacrilamidapropiltrimetilamonio-vinilpirrolidona. Entre los polímeros catiónicos seleccionados, desde el punto de vista del efecto de modificación de la reología, se prefieren más los que tienen iones alquilsulfúricos como contraiones, particularmente etilsulfato y metilsulfato.

Un peso molecular del polímero catiónico (c) es preferiblemente de 1.000 o más y más preferiblemente desde 1.000 hasta 3.000.000. El polímero catiónico (c) se distingue mediante este punto del tensioactivo catiónico (b). El peso molecular es un peso molecular promedio en peso medido mediante cromatografía de permeación en gel en las siguientes condiciones.

Columna: α -M (Tosoh Corporation), dos conectadas

eluyente: sulfato de sodio 0,15 mol/l, solución acuosa de ácido acético al 1 %

velocidad de flujo: 1,0 ml/min

temperatura: 40 °C

detector: IR

Como patrón de peso molecular, se usa pululano.

Desde los puntos de vista de retención de la viscoelasticidad a lo largo del tiempo inmediatamente tras preparar la suspensión, el polímero catiónico (c) tiene preferiblemente una densidad de cationización de 0,5 a 10 meq/g, más preferiblemente de 1 a 9 meq/g e incluso más preferiblemente de 3 a 8 meq/g. La densidad de cationización puede medirse mediante el procedimiento descrito en los ejemplos a continuación.

El material viscoso usado en la presente invención contiene el polímero catiónico (c) preferiblemente en una cantidad del 0,1 al 20 % en peso, más preferiblemente del 0,5 al 15 % en peso e incluso más preferiblemente del 1 al 10 % en peso.

El material viscoso en el que el compuesto aromático aniónico (a) y el tensioactivo catiónico (b) forman juntos micelas filiformes en agua se seca para obtener un sólido rígido. La formación de la micela filiforme proporciona por tanto una materia secada rígida, a partir de la que puede obtenerse fácilmente un polvo fino mediante molienda. Además, el polímero catiónico (c) tiene la propiedad de formar una película fuerte mediante secado. La formación de la micela filiforme y el uso simultáneo de polímero catiónico proporciona una materia secada más rígida y a partir de la que puede obtenerse más fácilmente un polvo fino mediante molienda. Sin embargo, la materia secada obtenida a partir de una solución acuosa de solo el polímero catiónico (c) es demasiado rígida y muy difícil de pulverizarse tal como se describe en el ejemplo comparativo más adelante. Se supone que el polvo obtenido según la presente invención está compuesto por el compuesto aromático aniónico (a), así como el tensioactivo catiónico (b) y una micela filiforme secada formada con el compuesto aromático aniónico (a) y el tensioactivo catiónico (b).

En la presente invención, puede secarse un gel de (a) y (b) como un material intermedio y molerse con una secadora de tambor y por tanto puede prepararse un polvo sin una carga. El secado directo del gel de la micela filiforme puede suprimir la higroscopicidad de (b). Por tanto, también puede realizarse la incorporación de (c).

En el procedimiento para producir un polvo de la presente invención, el material viscoso que contiene el compuesto aromático aniónico (a), el tensioactivo catiónico (b), agua y preferiblemente el polímero catiónico (c) se calienta a desde 50 hasta 120 °C y se suministra a la etapa de secado.

Estos componentes generalmente se mezclan y se agitan y opcionalmente se les añade un agente antiespumante y similar para obtener el material viscoso, que se seca.

5 Pueden usarse otros espesantes convencionales junto con los compuestos (a) y (b) de la presente invención. Los ejemplos de otros espesantes convencionales incluyen derivados de celulosa, polímeros de poliacrilato, poli(óxidos de etileno), poli(alcoholes vinílicos), polisacáridos a base de goma y polisacáridos de fermentación microbiana y similares.

10 En la composición de tensioactivo de la presente invención, puede usarse otro tensioactivo conjuntamente. Como otros tensioactivos, se prefieren tensioactivos anfóteros y tensioactivos no iónicos. Particularmente, se prefieren compuestos de betaína y aductos de alcohol-óxido de alquileno.

15 En la composición de tensioactivo de la presente invención, puede usarse un disolvente para controlar la viscosidad y similares. Como el disolvente, se prefieren alcoholes y se prefieren disolventes a base de Cellosolve. Desde los puntos de vista del efecto de mejora de la reología y punto de inflamación, se prefiere propilenglicol.

20 La composición de tensioactivo de la presente invención puede contener otros componentes tales como un dispersante, un agente de AE, un retardante, un agente de resistencia rápida, un acelerante, un agente de formación de burbujas, un agente espumante, un agente antiespumante, un agente antioxidante, un colorante, un agente contra el mildiú, un agente de reducción del agrietamiento, un agente de expansión, un tinte, un pigmento, un agente anti-descascarillado, un agente de procesamiento de limo, un conservante y un emulsionante según las aplicaciones. Un modificador de la reología para una suspensión que contiene la composición de tensioactivo de la presente invención también puede contener estos componentes.

25 En la presente invención, el material viscoso obtenido mezclando agua, compuesto aromático aniónico (a) y tensioactivo catiónico (b) se calienta a desde 50 °C hasta 120 °C y luego se suministra a la etapa de secado. La temperatura de calentamiento es preferiblemente de 50 °C a 100 °C, más preferiblemente de 50 °C a 80 °C, incluso más preferiblemente de 60 °C a 80 °C desde el punto de vista de fácil manipulación cuando se forma la película delgada sobre el cuerpo de soporte.

30 El secado del material viscoso se realiza preferiblemente aplicando el material viscoso calentado a la temperatura específica a un cuerpo de soporte con el fin de formar una película delgada del material viscoso sobre el cuerpo de soporte y calentar la película. La formación y el calentamiento de la película delgada se realizan preferiblemente mediante un procedimiento de secado por calor conductivo. El procedimiento de secado por calor conductivo puede realizarse con una secadora de calentamiento conductivo conocida tal como una secadora de tambor (disponible de Katsuragi Ind. Co. Ltd., Kusuki machine Ltd., Tamagawa Machinery Co., Ltd., etc.), una secadora CD (disponible de Nishimura Tekkosho Co., Ltd.), o similar. Estas secadoras suministran y unen un líquido sobre la superficie del tambor cilíndrico o el disco para formar una película delgada y secan la película delgada mediante conducción de calor desde una fuente de calor. El grosor de la película delgada del material viscoso (un grosor aplicado del mismo) se determina considerando el contenido en sólidos del líquido que va a aplicarse, la procesabilidad de la secadora, la velocidad de secado, el estado de la película delgada, o similares. El grosor es preferiblemente de 0,001 a 3 mm y más preferiblemente de 0,01 a 2 mm. Una vez que se forma la película delgada para secarse por sí misma, puede secarse rápidamente. Por tanto apenas surge deterioro térmico o similar. La temperatura de la fuente de calor para el secado es preferiblemente de 50 a 200 °C, más preferiblemente de 60 a 190 °C, incluso más preferiblemente de 90 a 180 °C, incluso más preferiblemente de 115 a 150 °C, a una presión normal. La temperatura de la película delgada del material viscoso es preferiblemente de 40 a 180 °C, más preferiblemente de 50 a 170 °C, más preferiblemente de 70 a 160 °C, incluso más preferiblemente de 100 a 130 °C. En otras palabras, la temperatura de la película delgada del material viscoso es preferiblemente de 50 a 200 °C, más preferiblemente de 50 a 160 °C, incluso más preferiblemente de 60 °C o más y 120 °C o menos e incluso más preferiblemente de 80 °C o menos. Con el fin de secar eficazmente a una temperatura inferior de la fuente de calor, la película delgada puede secarse a una presión reducida.

55 Desde el punto de vista de la formación de la película delgada en secado por calor, una viscosidad del material viscoso es de 50 a 500 mPa·s y preferiblemente de 100 a 250 mPa·s a una temperatura de 60 a 80 °C. El contenido del compuesto aromático aniónico (a), el tensioactivo catiónico (b) y en algunos casos el polímero catiónico (c) se ajusta preferiblemente de tal manera que la viscosidad está en este intervalo.

60 La película delgada del material viscoso se separa con un medio de separación tal como un raspador de metal. Los medios de separación pueden ser los proporcionados en secadoras conocidas para películas delgadas. Como el medio de separación, puede usarse por ejemplo un raspador de acero inoxidable del que una superficie se trata con un agente de tratamiento tal como teflón para reducir su pegajosidad hacia la película delgada del material viscoso. El medio de separación se instala preferiblemente en un lugar donde la película delgada del material viscoso y la película delgada separada no se adhieren al medio de separación y el cuerpo de soporte. El medio de separación se instala más preferiblemente en un lugar donde la película delgada del material viscoso no se adhiere entre sí. La película delgada del material viscoso sobre el cuerpo de soporte se separa preferiblemente en una cantidad de 70 a 100 partes en peso, más preferiblemente de 90 a 100 partes en peso de 100 partes en peso de la misma.

En un procedimiento que usa un cuerpo de soporte, tal como un tambor de una secadora de tambor y un disco de una secadora de disco, la película delgada del material viscoso se separa preferiblemente del cuerpo de soporte, al tiempo que se impide que se amontone sobre sí misma. Es decir, se proporciona preferiblemente un flujo de gas sobre la superficie de la película delgada, que enfría la película delgada separada del cuerpo de soporte cuando la película delgada se separa del cuerpo de soporte. Por ejemplo, cuando se forma una película delgada viscosa sobre una secadora de tambor o una secadora de disco, puede impedirse que la película delgada se amontone sobre sí misma mediante un flujo de gas dirigido sobre la superficie de la película delgada, preferiblemente un chorro de aire.

Además puede impedirse que la película delgada se amontone sobre sí misma instalando una placa de guía con superficie de teflón o similar para reducir la adhesión a la película delgada viscosa. Es preferible una combinación del chorro de aire con la placa de guía para impedir que la película delgada se amontone sobre sí misma. Además, la forma de la placa de guía puede diseñarse según la forma del cuerpo de soporte. Cuando se usa un cuerpo de soporte cilíndrico, tal como una secadora de tambor, por ejemplo, la longitud en la dirección longitudinal del cuerpo de soporte puede ser suficiente para la longitud de la placa de guía. La anchura y el grosor pueden no tenerse en cuenta.

El procedimiento de producción de la presente invención contiene preferiblemente las siguientes etapas 1 a 3.

Etapas 1: formación de una película delgada del material viscoso sobre un medio de soporte para la película delgada.

Etapas 2: calentamiento de la película delgada formada en la etapa 1 con un medio de calentamiento para secarla.

Etapas 3: separación de la película delgada secada en la etapa 2 del medio de soporte.

Al menos una y preferiblemente todas las etapas 1 a 3 se realizan preferiblemente en una secadora de tambor. La secadora de tambor se prefiere porque puede realizar estas etapas sucesivamente. En la etapa 1, el material viscoso se calienta a la temperatura específica y se usa para formar la película delgada.

En la presente invención, el secado (etapa de secado) se realiza preferiblemente de manera que el contenido en agua del material viscoso sea del 5 % o menos en peso y más preferiblemente del 2 % o menos en peso. Una operación de secado puede realizarse varias veces según las necesidades. Desde el punto de vista de mejorar la velocidad y el rendimiento de la producción, el material viscoso se seca preferiblemente con una secadora de tambor hasta del 4 al 10 % en peso de contenido en agua y luego con una secadora cónica hasta el 2 % o menos en peso de contenido en agua. En el procedimiento que tiene las etapas 1 a 3, el secado mediante una secadora de tambor se realiza en la etapa 2, el secado mediante una secadora cónica se realiza en la etapa 3 o posteriormente. El producto secado se muele y se clasifica según las necesidades para obtener un polvo deseado.

Un ejemplo de la invención es un procedimiento para producir un polvo que contiene un tensioactivo catiónico (b), que incluye mezclar agua, un compuesto aromático aniónico (a) y el tensioactivo catiónico (b) para obtener un material viscoso, calentar el material viscoso a desde 50 hasta 200 °C, aplicarlo a un cuerpo de soporte para formar una película delgada del material viscoso sobre el cuerpo de soporte y calentarlo para secarlo. Este procedimiento puede realizarse secando el material viscoso que tiene una viscosidad de 50 a 500 mPa·s con una secadora de tambor. Alternativamente el material viscoso puede secarse para que tenga contenido en agua del 4 al 10 % en peso y luego secarse adicionalmente con una secadora cónica para que tenga contenido en agua del 2 % o menos en peso.

El procedimiento de producción de la presente invención es adecuado para preparar un modificador de la reología en polvo.

El procedimiento de producción de la presente invención es útil como un procedimiento para producir un modificador de la reología en polvo. Es decir, la presente invención proporciona un procedimiento para producir un modificador de la reología en polvo, que incluye secar el material viscoso obtenido mezclando agua, un compuesto aromático aniónico (a) y el tensioactivo catiónico (b), de aquí en adelante denominado como la etapa de secado y someter el material viscoso, calentado a desde 50 hasta 120 °C, a la etapa de secado.

Particularmente, el procedimiento de producción de la presente invención es adecuado para preparar un modificador de la reología para suspensión que contiene un polvo hidráulico, porque proporciona un polvo que presenta un efecto de mejora de la reología en una solución acuosa con una alta concentración de sal. La presente invención proporciona un polvo que contiene el compuesto aromático aniónico (a), el tensioactivo catiónico (b) y en algunos casos el polímero catiónico (c), en el que un contenido en agua es del 5 % o menos en peso. El polvo preparado según la presente invención puede modificar la reología de una composición que contiene agua tal como soluciones acuosas y suspensión añadiéndolo a la composición.

El modificador de la reología según la presente invención puede contener otros componentes tales como un dispersante, un agente de AE, un retardante, un agente de resistencia rápida, un acelerante, un agente de formación

de burbujas, un agente espumante, un agente antiespumante, un agente antioxidante, un colorante, un agente contra el mildiú, un agente de reducción del agrietamiento, un agente de expansión, un tinte y un pigmento en tanto que el rendimiento de la presente invención no se vea alterado.

5 Una suspensión hidráulica que contiene el modificador de la reología según la presente invención puede contener un dispersante. Los ejemplos del dispersante incluyen agentes reductores de agua tales como sulfonato de lignina y derivados del mismo, oxicarboxilatos, derivados de polioliol, agentes reductores de agua de alto rendimiento y agentes reductores de agua de AE de alto rendimiento tales como un agente a base de naftaleno (Mighty 150, Kao Corporation), un agente a base de melamina (Mighty 150V-2, Kao Corporation), agentes a base de poliéter (Mighty 3000, Kao Corporation; Rheobuild SP, NMB; Aquarock FC600 y Aquarock FC900, Nippon Shokubai Co., Ltd.) y
10 tensioactivos aniónicos tales como tensioactivos a base de ácido policarboxílico (Poise series, Kao Corporation). Entre estos, son preferibles agentes reductores de agua de alto rendimiento a base de poliéter y tensioactivos a base de ácido policarboxílico, porque ambos pueden satisfacer la fluidez y viscosidad de la suspensión.

15 El contenido del dispersante en la suspensión hidráulica que contiene el modificador de la reología según la presente invención es generalmente del 0,01 al 5 % en peso, más preferiblemente del 0,05 al 3 % en peso por lo que respecta al contenido de su componente activo en el polvo hidráulico.

20 La suspensión hidráulica que contiene el modificador de la reología según la presente invención puede contener otros componentes tales como un agente de AE, un retardante, un agente de resistencia rápida, un acelerante, un agente de formación de burbujas, un agente espumante, agente antiespumante, un agente de reducción del agrietamiento y un agente de expansión.

25 La suspensión de la presente invención puede contener un agente reductor de agua, incluyendo un agente reductor de agua común y preferiblemente un agente reductor de agua de alto rendimiento y un agente reductor de agua de AE de alto rendimiento. Los ejemplos del agente reductor de agua de alto rendimiento y el agente reductor de agua de AE de alto rendimiento (de aquí en adelante, denominados agentes reductores de agua de alto rendimiento) incluyen un agente a base de naftaleno (Mighty 150, Kao Corporation), un agente a base de melamina (Mighty 150V-2, Kao Corporation) y agentes a base de poliéter (Mighty 3000, Kao Corporation; Rheobuild SP, NMB; Aquarock FC600 y Aquarock FC900, Nippon Shokubai Co., Ltd.). Desde el punto de vista de un menor efecto sobre la viscosidad y dispersabilidad del hormigón cuando se usa junto con los compuestos (A) y (B), entre esos agentes reductores de agua de alto rendimiento, se prefieren agentes a base de poliéter. Las cantidades de agentes reductores de agua de alto rendimiento usadas son del 0,1 al 5 % en peso y preferiblemente del 1 al 3 % en peso en total con respecto al polvo hidráulico.
35

Además, usando el polvo obtenido mediante el procedimiento de producción de la invención, que tiene el 5 % en peso o menos de contenido en agua, puede obtenerse una premezcla de composición hidráulica que contiene el polvo y un polvo hidráulico. La premezcla de composición hidráulica puede incluir además agregados. La premezcla de composición hidráulica incluye preferiblemente el polvo en la cantidad del 0,01 al 10 % en peso, más preferiblemente del 0,05 al 7 % en peso, incluso más preferiblemente del 0,1 al 3 % en peso, un polvo hidráulico en la cantidad del 10 al 95 % en peso, más preferiblemente del 30 al 70 % en peso, incluso más preferiblemente del 40 al 60 % en peso y agregados en la cantidad del 5 al 80 % en peso, más preferiblemente del 20 al 70 % en peso, incluso más preferiblemente del 35 al 60 % en peso.
40

45 La premezcla de composición hidráulica puede producirse mezclando el polvo mencionado anteriormente y el polvo hidráulico, o mezclando el polvo mencionado anteriormente, agregados y el polvo hidráulico.

Ejemplos

50 Los siguientes ejemplos describen realizaciones de la presente invención. Los ejemplos pretenden solo ilustrar la presente invención y no limitar la presente invención.

[Medición de la viscosidad]

55 Se midieron las viscosidades del material viscoso, soluciones acuosas del compuesto aromático aniónico (a) y del tensioactivo catiónico (b) y una mezcla de los mismos con un viscosímetro Brookfield (rotor n.º 3) a 20 °C.

Ejemplo 1

60 [Preparación de polvo]

En un tanque de agitación revestido de vidrio (volumen: 1,3 m³), se calentaron hasta 70 °C 500 kg de solución acuosa (S1) (concentración: 20 % en peso) de p-toluenosulfonato de sodio (compuesto aromático aniónico (a), Kao Corporation), 500 kg de solución acuosa (S2) (concentración: 29 % en peso) de una mezcla 1:1 en proporción en peso (basándose en cantidades efectivas) de cloruro de palmityltrimetilamonio (tensioactivo catiónico (b), Kao Corporation) y cloruro de esteariltrimetilamonio (tensioactivo catiónico (b), Kao Corporation) y 0,2 kg de agente
65

antiespumante (solución no diluida de FS Antifoam Q1-1183: Dow Corning Toray Co. Ltd.) y se agitaron durante 30 minutos a una velocidad de agitación de 50 rpm (paleta de agitación: forma; tipo PFAUDLER, tamaño; diámetro de la paleta/diámetro del cuerpo = 0,5) para obtener un material viscoso. El material viscoso tenía una viscosidad de 155 mPa·s a 70 °C.

5 Para el compuesto aromático aniónico (a) y el tensioactivo catiónico (b) usados anteriormente, una viscosidad de una solución al 1 % en peso de una mezcla equimolar de los mismos en agua era de 1100 mPa·s a 20 °C. Se midió la viscosidad con la mezcla preparada mezclando la solución acuosa (S1) y la solución acuosa (S2).

10 Se cargaron 250 kg del material viscoso preparado en un tanque de materia prima de una secadora de tambor, manteniendo la temperatura mencionada anteriormente (70 °C). Se hizo rotar el tambor a una velocidad de rotación del tambor de 2,0 rpm a una presión de vapor ajustada a desde 0,64 hasta 0,68 MPa para tener una temperatura de la superficie del tambor de 100 a 130 °C.

15 Se formó una película delgada del material viscoso sobre la superficie del tambor en la parte inferior del mismo (etapa 1) y se movió junto con el tambor aproximadamente 270 grados con la rotación del tambor, durante lo que se secó la película delgada (etapa 2). Se separó la película delgada con un raspador de metal del tambor (etapa 3). En el momento de la separación, se sopló la película delgada simultáneamente con un viento de enfriamiento (temperatura externa, aproximadamente 25 °C) a partir de un soplador en la parte superior de la película delgada
20 cerca del raspador para enfriar la película delgada calentada.

Se midió la materia secada separada en vista de su contenido en agua o contenido en humedad. Se molió una materia secada que contenía el 2 % o menos en peso de humedad con una máquina de pulverización (molino). Se hizo pasar el polvo resultante a través de un tamiz de 1 mm de abertura de malla para obtener un polvo terminado.
25 El polvo terminado tenía un diámetro de partícula promedio de 200 µm.

[Evaluación del polvo]

Se evaluó el polvo resultante tal como sigue. Los resultados se muestran en la tabla 1.

30 (1) Medición del contenido en agua

Se cargaron 4 g de polvo de un día a partir de la preparación en una balanza de determinación de la humedad por infrarrojos (Kett Electric Laboratory) y se midió el contenido en agua.

35 (2) Prueba de tamaño de partícula

Se cargaron 20 g de polvo terminado de un día a partir de la preparación en un agitador de tamiz de sobremesa (As One Corporation: MVS-1), se agitaron durante cinco minutos (nivel 5) y se midió una proporción (% en peso) de partículas que pasaban a través de un tamiz de 250 µm de abertura de malla. Es preferible un polvo que tenga el valor más grande.

(3) Prueba de apelmazamiento

45 Se empaquetó el polvo terminado en una bolsa de vinilo de 7 cm por 6 cm, se almacenó durante un mes en condiciones de carga de 0,18 kg/cm², 20 °C y al 60 % de HR y luego se examinó para determinar el aspecto sobre el apelmazamiento. Se clasificó el apelmazamiento usando los siguientes niveles.

50 O: sin apelmazamiento observado.

Δ: apelmazamiento parcial observado, pero se trituraba fácilmente con los dedos para dar un polvo.

X: mucho apelmazamiento observado.

55 Ejemplo 2

Se preparó un polvo de manera similar al ejemplo 1, salvo porque se reemplazó una parte del agua en la solución acuosa S1 por sales de polimetacrililoioxietildimetilamonio (polímero catiónico (c), peso molecular promedio en peso: 120.000) en una concentración del 10 % en peso. Se evaluó el polvo resultante de manera similar al ejemplo 1. Los resultados se muestran en la tabla 1. La viscosidad del material viscoso antes del secado era de 180 mPa·s a 70 °C.

Ejemplo 3

65 Se preparó un polvo de manera similar al ejemplo 1, salvo porque se realizó el secado con una secadora de tambor y una secadora cónica. En el secado, la velocidad de rotación del tambor de la secadora de tambor era de 2,5 rpm y

se cargaron 200 kg de materia secada en la que el contenido en agua era del 5 al 10 % en peso en la secadora cónica y se secaron adicionalmente durante 4 horas a 4,5 rpm para obtener un producto secado en el que el contenido en agua era del 2 % o menos en peso. Se molió el material secado con una máquina de pulverización. Se evaluó el polvo resultante de manera similar al ejemplo 1. Los resultados se muestran en la tabla 1.

5

Ejemplo comparativo 1

Se preparó un polvo de manera similar al ejemplo 1, salvo porque no se usó la solución acuosa S1. Tras separar con un raspador, cuando se enfrió el polvo, el polvo absorbió inmediatamente humedad (en este momento, el contenido en humedad estaba por encima del 20 % en peso) y por tanto era más difícil de moler. Por consiguiente, no se evaluó el producto de manera similar al ejemplo 1. El ejemplo comparativo 1 pretende preparar un polvo a partir de la solución acuosa del tensioactivo catiónico (b).

10

El tensioactivo catiónico (b) obtenido en el ejemplo comparativo 1 es altamente higroscópico y se supone que cuando el tensioactivo catiónico (b) se mezcla con el compuesto aromático aniónico (a) en forma de polvo, la mezcla forma una micela filiforme, que es más viscosa que el tensioactivo catiónico (b) solo y por tanto es difícil que se use como polvo. Se supone que la mezcla permanece viscosa cuando se mezcla adicionalmente con el polímero catiónico (c) y es difícil que se use como polvo.

15

Tabla 1

	Materia prima para la producción			Tipo de secadora	Evaluación del polvo		
	Compuesto aromático aniónico (a)	Tensioactivo catiónico (b)	Polímero catiónico (c)		Contenido en humedad (% en peso)	Prueba de tamaño de partícula (% en peso)	Prueba de apelmazamiento
Ejemplo	1	Lo contiene	No lo contiene	DD	1,5	72	O
	2	Lo contiene	Lo contiene	DD	1,3	79	O
	3	Lo contiene	Lo contiene	DD y CD	0,6	86	O
Ejemplo comparativo	1	No lo contiene	No lo contiene	DD	Más de 20	No medible	No medible

(Consulta) En la tabla, las abreviaturas significan lo siguiente. Se midió el contenido en agua del ejemplo comparativo 1 inmediatamente tras el mezclado.

5 DD: secadora de tambor

CD: secadora cónica

Ejemplo 4

10 Se usaron polvos preparados en los ejemplos mencionados anteriormente para evaluar los efectos de mejora de la reología de la suspensión. Los resultados se enumeran en la tabla 2. Se preparó la suspensión combinando en seco 400 g de cemento Portland habitual (Taiheiyō Cement Corporation, densidad: 3,16) y 5 g (basándose en la cantidad efectiva) de cualquiera de los polvos de los ejemplos 1 a 3, añadiendo 400 g de agua corriente y mezclando durante 120 segundos con una mezcladora manual (Matsushita Electric Works, Ltd.). Se realizó la prueba de la suspensión a temperatura ambiente, 23 °C y se controló la temperatura del agua para el mezclado y amasado de manera que la temperatura de la suspensión fuese de 20 °C.

20 Se midió la viscosidad de la suspensión con un medidor de viscosidad VT-04E (Rion Co. Ltd.) con un rotor n.º 1 a una velocidad de rotación de 62,5 rpm, a 20 °C.

25 En un vaso de precipitados de 500 ml que contenía aproximadamente 300 ml de agua, se incorporaron 10 ml de la suspensión preparada desde cerca de la superficie del agua. Se observó el agua para detectar turbidez tras la adición. Se evaluó la suspensión para determinar la resistencia a la segregación en agua determinando O: en el caso de ausencia de turbidez y X: en el caso de turbidez observada.

30 Se colocó el residuo de la suspensión preparada en una cubeta desechable de 500 ml. Se envolvió la parte superior de la cubeta con un plástico de cocina (Saran Wrap, marca comercial registrada, Asahi Kasei Life & Living Corporation) para impedir la evaporación de agua. Se permitió que la cubeta reposara a temperatura ambiente. Se midió la cantidad de agua que se desprendía hasta el curado.

Tabla 2

Polvo	Viscosidad de la suspensión (mPa·s/20 °C)	Resistencia a la segregación en agua	Cantidad de desprendimiento de agua (ml)
Ejemplo 1	2500	O	0
Ejemplo 2	2400	O	0
Ejemplo 3	2500	O	0
Ninguno	menos de 50	X	Más de 100

35 Puede observarse a partir de los resultados en la tabla 2 que se prefieren los polvos de los ejemplos 1 a 3 como modificadores de la reología.

Ejemplo 5, procedimiento de preparación de mortero premezclado y evaluación:

40 En una mezcladora Super de 300 l (Olympia Kakoki), se mezclaron los materiales enumerados en la tabla 3 exceptuando el agua, 0,13 kg de cualquier polvo de los ejemplos 1 a 3 y 0,1 kg de un agente antiespumante (agente antiespumante a base de silicona, componente principal: dimetilpolisiloxano) mientras se agitaba a 200 rpm durante 10 minutos. Tras mezclarse, se hizo pasar la mezcla a través de una criba de vibración de 3 mm de abertura de malla para obtener un producto premezclado.

45 Se pesaron 1485 g del producto premezclado y se tomaron, se les añadió 455 g de agua y se amasaron 60 segundos con una mezcladora de mortero a 63 rpm para preparar un mortero. Se realizaron las siguientes mediciones. Los resultados se enumeran en la tabla 4.

50 Procedimiento de medición:

- prueba de flujo: cono de mortero (JIS R 5201, producto elegible)
- prueba de resistencia a la segregación en agua: similar al ejemplo 4
- desprendimiento de agua: similar al ejemplo 4

55

ES 2 614 648 T3

Tabla 3 composición de mortero premezclado

W/C (%)	C	S	W	Mighty 21P
65	20 kg	22 kg	13 kg	0,06 kg

Material de prueba:

5

Cemento (C): cemento de resistencia temprana (densidad: 3,14, producto comercial)

Arena (S): arena de sílice n.º 7 (densidad: 2,60)

10

Agua (W): agua corriente

Dispersante: Mighty 21P (Kao Corporation: polvo de superplastificante a base de poliéter)

Tabla 4

15

Polvo	Flujo de mortero (mm)	Resistencia a la segregación en agua	Desprendimiento de agua (ml)
Ejemplo 1	280X285	○	0
Ejemplo 2	285X290	○	0
Ejemplo 3	280X280	○	0
Ninguno	350X345 (segregación)	X	Más de 50

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir un polvo que comprende un tensioactivo catiónico (b), que comprende las etapas de
 - 5 mezclar agua, un compuesto aromático aniónico (a) y el tensioactivo catiónico (b) para obtener un material viscoso en el que el material viscoso contiene el compuesto aromático aniónico (a) en una cantidad del 1 al 35 % en peso y el tensioactivo catiónico (b) en una cantidad del 1 al 40 % en peso y
 - 10 secar el material viscoso (etapa de secado), suministrándose el material viscoso, calentado a desde 50 hasta 120 °C, a la etapa de secado,
 - 15 en el que el material viscoso tiene una viscosidad de 50 a 500 mPa s a una temperatura de 60 a 80 °C,
 - 20 en el que el tensioactivo catiónico está en forma de una sal cuaternaria y tiene, en su estructura, al menos un grupo alquilo lineal o ramificado saturado que tiene de 10 a 26 átomos de carbono y en el que el compuesto aromático aniónico se selecciona de ácidos carboxílicos que tienen anillos aromáticos y sales de los mismos, ácidos fosfónicos y sales de los mismos y ácidos sulfónicos y sales de los mismos.
2. El procedimiento para producir un polvo según la reivindicación 1, en el que el material viscoso comprende además un polímero catiónico (c).
3. El procedimiento para producir un polvo según las reivindicaciones 1 o 2, que comprende las siguientes etapas 1 a 3:
 - 30 etapa 1: formar una película delgada del material viscoso sobre un medio de soporte para la película delgada,
 - etapa 2: calentar la película delgada formada en la etapa 1 con un medio de calentamiento para secarla,
 - etapa 3: separar la película delgada secada en la etapa 2 del medio de soporte.
4. Un procedimiento para modificar la reología de una composición que comprende agua, que comprende añadir el polvo obtenible mediante el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 a la composición.
5. Una composición hidráulica premezclada que comprende el polvo obtenible mediante el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 y un polvo hidráulico.
6. La composición hidráulica premezclada según la reivindicación 5, que comprende además agregados.
7. Uso del polvo obtenible mediante el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 para preparar una composición hidráulica premezclada que comprende un polvo hidráulico.
8. Uso del polvo obtenible mediante el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 para preparar una composición hidráulica premezclada que comprende un polvo hidráulico y agregados.
9. Un procedimiento para producir una composición hidráulica premezclada que comprende un polvo hidráulico, que comprende mezclar el polvo obtenible mediante el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 y el polvo hidráulico.
10. Un procedimiento para producir una composición hidráulica premezclada que comprende un polvo hidráulico y agregado, que comprende mezclar el polvo obtenible mediante el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, el polvo hidráulico y los agregados.