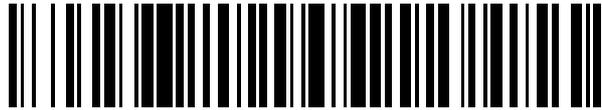


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 622 836**

51 Int. Cl.:

C04B 40/00 (2006.01)

C04B 20/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.07.2009 PCT/JP2009/062931**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.01.2010 WO10005117**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.07.2009 E 09787993 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.04.2017 EP 2303801**

54 Título: **Procedimiento para modificar la actividad de la arcilla y para potenciar la retención de asentamiento de las composiciones cementosas hidratables que comprenden agregados que contienen arcilla**

30 Prioridad:

11.07.2008 JP 2008181296

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

07.07.2017

73 Titular/es:

**GCP APPLIED TECHNOLOGIES INC. (100.0%)
62 Whittemore Avenue
Cambridge, MA 02140, US**

72 Inventor/es:

**KOYATA, HIDEO;
ZHANG, SHU-QIANG y
CHUN, BYONG-WA**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 622 836 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 modificar la actividad de la arcilla y para potenciar la retención de asentamiento de las composiciones cementosas hidratables que comprenden agregados que contienen arcilla

5

Campo técnico

La presente invención se refiere a la modificación de propiedades en materiales cementosos hidratables y, más particularmente, a una mezcla química mejorada y a un procedimiento para la modificación de morteros de cemento y hormigones usando un compuesto policatiónico, un ácido hidroxicarboxílico o una sal del mismo y un superplastificante de policarboxilato.

10

Técnica antecedente

Se conoce el uso de polímeros que contienen oxialquileno como superplastificantes o reductores de agua en el hormigón. Por ejemplo, en la patente U.S N.º 5.393.343, Darwin y col. divulgaron polímeros tipo peine de "OE/OP", que contenían grupos de óxido de etileno y/o de óxido de propileno, que eran útiles como superplastificantes para conservar el "asentamiento" (una propiedad similar al concepto de fluidez) en morteros de cemento y hormigones durante un período sostenido de tiempo.

15

20

También se conoce el uso de diversos agentes para la inhibición de los efectos adversos de determinadas arcillas hinchables, tales como esmectitas y montmorillonitas, en la eficacia de la dosificación de dichos superplastificantes. Estas arcillas se encuentran, a veces, contenidas en los agregados de arena usados para la fabricación de mortero de cemento y hormigón y, con frecuencia, causan mala viabilidad en el cemento u hormigón fresco.

25

Se planteó la teoría de que dichas arcillas se expandían cuando se humedecían inicialmente con el agua de la mezcla, tal que, en el estado expandido, las arcillas absorbían o inmovilizaban el superplastificante. Esto, a su vez, disminuía la eficacia de la dosificación porque se necesitaría más superplastificante para mantener el nivel de asentamiento deseado en la composición cementosa hidratante, que podría necesitarse para el transporte de la mezcla en un camión o para verter la mezcla en la zona de construcción.

30

En la patente U.S 6,352,952 B1 y 6,670,415 B2, Jardine y col. (Grace Construction Products) se dieron cuenta primero, de que este problema era causado por determinadas arcillas y divulgaron el uso de diversos agentes, para evitar que las arcillas absorbieran los superplastificantes, restaurando de este modo la respuesta de dosificación. Tales agentes modificadores de la actividad de la arcilla incluían cationes inorgánicas, cationes orgánicas, moléculas orgánicas polares capaces de la absorción de arcilla y dispersantes de arcilla tales como polifosfatos y sus mezclas.

35

Como consecuencia de Jardine y col., otros en la industria comenzaron a centrarse en los agentes de inertización de arcillas en cementos. Por ejemplo, en el documento US 2007/0287794 A1, Alain y col. explicaron que los polímeros catiónicos, tales como las aminas cuaternarias, eran particularmente apropiados para la inertización de arcillas. A este respecto, la solicitud de patente japonesa N.º KOKAI 2006-45010 divulgó, que un grupo amonio cuaternario, tal como cloruro de poli-dialildimetilamonio, podría usarse para aumentar la eficacia del dispersante de cemento cuando se encuentra en presencia de agregados finos indeseables, que contienen los minerales de arcilla problemáticos.

40

Los presentes inventores creen que los problemas causados por las arenas que contienen arcilla, se incrementarán en las industrias del cemento y del hormigón, debido a una disminución en el suministro de arena natural de alta calidad. Tales agregados de arena, tendrán un efecto significativo sobre las propiedades reológicas y físicas de morteros y hormigones. La gravedad específica, la distribución del tamaño de partícula, la forma y las texturas de la superficie del agregado de arena, influirán en las propiedades reológicas de los morteros de cemento y hormigones en su estado plástico; mientras que la composición mineralógica, la dureza, el módulo elástico y otras propiedades de los agregados, afectarán a los morteros de cemento y hormigones en su estado endurecido.

50

El documento EP 1 693 352 describe una composición de tensioactivo.

El documento WO 01/64323 describe una mezcla de un agente activo de superficie. Las enseñanzas del documento WO 01/64323 A1 proporcionan la capacidad de ajustar y de estabilizar sistemas de huecos de aire en composiciones cementosas hidratables, al tiempo que se permite la práctica convencional de dosificación del agente dispersante de aire a seguir.

55

Sumario de la Invención

Los inventores han descubierto de manera sorprendente, que cuando se formula un compuesto de amonio cuaternario o policuaternario en combinación con un compuesto de ácido poli-hidroxi o hidroxil carboxílico, como se ha definido en el presente documento, la eficacia de la inertización de la arcilla de cada componente, se mejora considerablemente, con respecto al mantenimiento de la eficacia de dosificación de dispersantes de policarboxilato en un mortero de cemento o un hormigón.

65

Además, cuando se emplea dicha combinación, la eficacia de la inertización de la arcilla del compuesto de amonio cuaternario o policuaternario, se vuelve significativamente menos sensible a los tipos de compuesto de amonio cuaternario o policuaternario usados.

5 Además, los presentes inventores creen que tal combinación tiene efectos sinérgicos. En las ocasiones en las que un compuesto de ácido poli-hidroxi o hidroxilcarboxílico se usa solo con el dispersante de policarboxilato y con el agregado que contiene arcilla, no se observó que el mortero de cemento o la composición de hormigón resultante

10 Sin embargo, cuando se usaron el compuesto de amonio cuaternario o policuaternario, o el compuesto de ácido poli-hidroxi o hidroxilcarboxílico junto con un dispersante de policarboxilato, la retención de asentamiento se potenció con el tiempo en comparación con el control.

15 Por lo tanto, la presente invención proporciona un procedimiento para modificar la actividad de la arcilla y para potenciar la retención de asentamiento de una composición cementosa hidratable que contiene un agregado fino que contiene arcilla, que comprende:

la combinación con un agregado fino que contiene arcilla, en el que la arcilla reduce la eficacia de dosificación de un dispersante de policarboxilato en composiciones cementosas hidratables,

- 20 (a) un dispersante de cemento de policarboxilato,
 (b) un compuesto de amonio cuaternario o policuaternario o una sal del mismo, que mitigue el efecto de la arcilla sobre la eficacia de la dosificación del dispersante de cemento de policarboxilato, cuando se combina en una composición cementosa hidratable y
 25 (c) al menos, un ácido poli-hidroxi o hidroxil carboxílico o una sal del mismo seleccionado de entre el grupo que consiste en ácido glucónico o una sal del mismo, ácido cítrico o una sal del mismo, sorbitol y glicerol.

30 En otros procedimientos ejemplares, el compuesto de amonio cuaternario o policuaternario y uno de los compuestos de ácido poli-hidroxi o hidroxil carboxílico, se puede combinar con, al menos, un dispersante de policarboxilato y un cemento para formar una composición cementosa hidratable; y los componentes se pueden combinar antes, durante o después de que el cemento y el agua se combinen para formar el mortero de cemento o el hormigón fresco.

35 El compuesto del amonio cuaternario o policuaternario, el compuesto del ácido/sal poli-hidroxi o hidroxil carboxílico y el dispersante de policarboxilato se añaden, preferentemente, aunque no de manera necesaria, juntos en forma de una composición de mezcla al cemento. Una composición de mezcla ejemplar comprende por lo tanto, al menos, un compuesto de amonio cuaternario o policuaternario, al menos, un ácido poli-hidroxi o hidroxil carboxílico o una sal del mismo como se ha definido en el presente documento y, al menos, un dispersante de policarboxilato.

40 En procedimientos ejemplares y composiciones de mezclas, una sal de amonio cuaternario preferente es un condensado de epihaloidrina alquilamina o cloruro de poli-dialildimetilamonio y un compuesto preferente de un ácido de poli-hidroxi o hidroxil carboxílico o de su sal es un gluconato.

45 Aunque la patente U.S N.º 6.352.952 y la patente U.S N.º 6.670.415, divulgaron que las moléculas orgánicas polares podrían combinarse con un gluconato, estas patentes no enseñaban o sugerían que los compuestos catiónicos, tales como sales de amonio policuaternario, podrían combinarse con un polihidroxi o hidroxil-carboxilato, con el fin de potenciar la retención de asentamiento, además de mitigar los efectos de arcilla.

Descripción detallada de realizaciones ejemplares

50 Una descripción particular de un compuesto en su forma ácida (p. ej., "ácido policarboxílico", "glucónico", etc.) se entenderá, donde el contexto lo permite, que incluye la forma de la sal (p. ej., "policarboxilato", "gluconato"); y, a la inversa, una descripción de un compuesto, en su forma de sal, se entenderá que incluye su forma de ácido, como puede permitirse en el contexto en el que se emplean dichos términos.

55 Los términos "cementos" y "composición de cemento" tal como se usa en el presente documento, se refiere a pastas, morteros, lechadas, tales como aceite de lechadas de cementación de pozos petrolíferos y composiciones de hormigón, todas las cuales comprenden un aglutinante de cemento hidráulico. Los términos "pasta", "mortero" y "hormigón" son términos de la técnica: pastas son mezclas compuestas de un aglutinante de cemento hidráulico (generalmente, pero no exclusivamente, cemento Portland, cemento de albañilería o cemento de mortero y pueden incluir también, polvo de piedra caliza, cal hidratada, cenizas volantes, escoria de alto horno y humo de sílice u otros materiales comúnmente incluidos en dichos cementos) y agua; "morteros" son pastas que incluyen, adicionalmente, un agregado fino tal como arena; y "hormigones" son morteros que incluyen, adicionalmente, un agregado grueso, tal como piedra molida o grava.

65 Las composiciones de cemento se forman mezclando las cantidades necesarias de determinados materiales, p. ej., un cemento hidratable, agua y agregados finos y/o gruesos, según sea apropiado para la fabricación de la

composición cementosa deseada.

El término "arcilla" tal como se usa en la presente invención, incluye materiales inorgánicos, que pueden estar contenidos en los agregados de arena, los cuales absorben dispersantes de policarboxilato o, de otra manera, disminuyen su eficacia de dosificación cuando están presentes en los cementos de albañilería u hormigón que contienen dichos agregados que contienen las arcillas. Tales arcillas pueden incluir, específicamente, arcillas 2:1, que se consideran típicamente para ser hinchadas, absorbiendo arcillas a menudo identificadas como arcillas esmectita, montmorillonita, illita, hectorita o bentonita. Se contempla también, que la ceniza volcánica y las arcillas amorfas se incluyen también en los materiales de tipo absorbente, para que se consideren dentro de la definición de "arcilla" tal como se usa este término en el presente documento.

La expresiones "dispersante de cemento de policarboxilato", dispersante de policarboxilato", y similares, tal como pueden usarse en el presente documento, se refieren a dispersantes de tipo ácido/sal carboxílico como se conocen en la técnica. Estos también pueden denominarse reductores de agua que contienen oxialquileno o superplastificantes, como se ha explicado en la sección de antecedentes anterior. Los polímeros de policarboxilato tienen constituyentes de oxialquileno o de "OE/OP" e incluyen polímeros "peine" que tienen constituyentes de OE/OP emplazados en las cadenas principales y/o en los grupos colgantes. Los polímeros OE/OP son más a menudo polímeros acrílicos o copolímeros de los mismos, que están imidizados, como se ha enseñado en la patente U.S. N.º 5.393.343. El uso de dispersantes de policarboxilato con agregados que portan arcilla se trató previamente en las patentes U.S 6,352,952 B1 y 6,670,415 B2.

En consecuencia, un procedimiento ejemplar de la invención comprende:

la combinación, con un agregado que contiene arcilla (p. ej., arena) en el que la arcilla es operativa para absorber, o de otra manera, disminuir la eficacia de dosificación y/o la capacidad de retención de la dispersión de un dispersante de policarboxilato, un compuesto de amonio cuaternario o policuaternario o una sal del mismo, preferentemente, en la cantidad de 0,1 ppm a 1000 ppm sobre la base de peso total de agregado fino (arena) usado en la composición cementosa y más preferentemente, en la cantidad de 1 ppm a 200 ppm; al menos, un ácido poli-hidroxi o hidroxi carboxílico o una sal del mismo como se ha definido en el presente documento, preferentemente, en la cantidad de 0,1 ppm a 1000 ppm sobre la base de peso total de agregado fino (arena) usado en la composición cementosa y más preferentemente, en la cantidad de 1 ppm a 500 ppm; y un dispersante de cemento de policarboxilato.

Las cantidades de estos componentes pueden ajustarse, dependiendo de la cantidad de los niveles de arcilla perjudiciales presentes en el agregado fino que se use.

En otras realizaciones ejemplares, al menos el dispersante de policarboxilato, está preferentemente, en la cantidad de 0,001 % - 2,5 % y más preferentemente, en la cantidad de 0,01 - 0,5 %, expresada esta cantidad en términos de porcentaje sobre la base de peso total de cemento (que en este caso incluirá cemento, puzolanas, piedra caliza y otros polvos de silicato). El dispersante de policarboxilato puede combinarse con los componentes antes, durante o después de que se añada cemento para formar una composición cementosa hidratable.

Los componentes se pueden combinar por separado con el agregado que contiene la arcilla, tal como en una cantera o en una planta de producción de agregados o se pueden combinar antes, durante o después de que los agregados, el cemento y el agua se mezclen, para formar la composición de cemento o de hormigón.

En una realización ejemplar, el compuesto de amonio cuaternario o policuaternario y el compuesto de poli-hidroxi o hidroxil carboxilato se pueden añadir en un bidón de mezclado que contiene ingredientes para la fabricación del cemento de albañilería o del hormigón fresco, antes de que se añada el dispersante de policarboxilato.

En otra realización ejemplar, el compuesto de amonio cuaternario o policuaternario, el compuesto de poli-hidroxi o hidroxil carboxilato y el dispersante de policarboxilato se añaden como una composición de mezcla premezclada, preferentemente, en la planta de premezclado, donde el hormigón es procesado en un camión hormigonera. Por lo tanto, la presente invención, también proporciona la composición de la mezcla anteriormente mencionada que comprende los tres componentes juntos en cantidades pre-medidas. Esta composición de la mezcla puede comprender, opcionalmente, otras mezclas que se emplean convencionalmente en las industrias de cemento y de hormigón.

Otras variaciones donde los componentes se añaden por separado, en diferentes secuencias o en diferentes momentos o emplazamientos, también son permisibles.

Un amonio policuaternario ejemplar es un polímero condensado epiclorhidrina-dimetilamina o un cloruro de polidialildimetilamonio.

Se cree que la presente invención permite un amplio intervalo de compuestos catiónicos, incluso los que tienen una propiedad de inertización de arcilla relativamente menor, para usarse eficazmente en la presente invención. Los

polímeros catiónicos de bajo peso molecular (p. ej., $pm < 10.000$) se pueden usar para obtener un mejor asentamiento inicial, mientras que los polímeros catiónicos de mayor peso molecular (p. ej., $pm > 10.000$) se pueden usar para retener el asentamiento durante un período de tiempo.

- 5 El componente de poli-hidroxiol o hidroxiol carboxilato se selecciona de entre el grupo que consiste en ácido glucónico y sales del mismo, ácido cítrico y sales del mismo, sorbitol y glicerol. Se prefieren los gluconatos y esto incluye gluconato de sodio, en particular.
- 10 Se dan los siguientes ejemplos, como una ilustración específica de realizaciones de la invención reivindicada. Todas las partes y porcentajes en los ejemplos, así como en el resto de la memoria descriptiva, están en porcentaje en peso a menos que se especifique otra cosa.

15 Además, cualquier intervalo de números enumerado en la memoria descriptiva o en las reivindicaciones, tales como los que representan un conjunto particular de propiedades, unidades de medida, condiciones, estados físicos o porcentajes, tienen por objeto, literalmente, incorporar, de manera expresa en el presente documento por referencia o de otra manera, cualquier número que pertenezca a dicho intervalo, incluyendo cualquier subconjunto de números dentro de cualquier intervalo así enumerado. Por ejemplo, siempre que se divulga un intervalo numérico con un límite inferior, RI y un límite superior RS, cualquier número R que pertenece al intervalo se divulga específicamente.

20 En particular, se divulgan específicamente los siguientes números R dentro del intervalo: $R = RI + k * (RS - RI)$, donde k es una variable que varía de un 1 % a un 100 % con un incremento de un 1 %, p. ej., k es 1 %, 2 %, 3 %, 4 %, 5 %... 50 %, 51 %, 52 %,...95 %, 96 %, 97 %, 98 %, 99 % o 100 %. Además, también se ha desvelado específicamente, cualquier intervalo numérico representado por cualquiera de los dos valores de R, como se ha calculado anteriormente.

25 **Ejemplos**

A. Ejemplos de prueba 1-3 (polímero catiónico + gluconato + policarboxilato)

30 Se realizó una prueba de flujo de mortero de acuerdo con la norma JIS A 5201. Se usó cemento Portland ordinario (una mezcla de tres cementos japoneses). Se dopó una arena del río Ooi con 0,20 por ciento en peso de una arcilla montmorillonita de sodio para simular un agregado de arena problemático. El diseño de la mezcla comprendía cemento/arena/agua/arcilla en una proporción de 700/1750/287/3,5 medido en gramos de peso. Se midieron tanto el asentamiento de mortero, como el flujo y la viabilidad se calculó usando la fórmula:

35 $[viabilidad] = [asentamiento] + [flujo] - 100$.

La prueba implicaba fabricar tres referencias de control ("REF"), que contenían cada una un dispersante de un cemento de policarboxilato ("PC") disponible en el mercado (polímeros aqualoc® disponibles en Nippon Shokubai Co. Ltd., Japón), un gluconato de sodio ("GLU") y/o un polímero catiónico ("CAT") disponible en el mercado. El polímero catiónico en este caso era un producto disponible como cationmaster™ PD-7 en Yokkaichi Gosei, Japón y se cree que es un producto de policondensación de dimetilamina y epiclrorhidrina (EPI-DMA).

40

En los tres controles de referencia (REF), se usó el dispersante de policarboxilato o bien solo (REF 1), con el gluconato (REF 2), o con el polímero catiónico (REF 3); pero en ninguno de estos controles de referencia se usó el gluconato combinado con el polímero catiónico.

45

Sin embargo, en los tres ejemplos de prueba (EX), se combinó el dispersante de policarboxilato tanto con el gluconato como con el polímero catiónico, en cantidades de porcentaje en peso diferentes (como se ha indicado anteriormente para EX 1, EX 2 y EX 3).

50

Las cantidades de los componentes en la Tabla 1 se expresan en porcentaje en peso.

Tabla 1

"PC" = dispersante de policarboxilato; "GLU" = gluconato de sodio; "CAT" = compuesto catiónico; "REF" = muestra de control de referencia; "EX" = ejemplo de prueba						
	% de PC	% de GLU	CAT (%)	Viabilidad (mm)		
				4 min	30 min	60 min
REF 1	0,16	-	-	56	26	10
REF 2	0,16	0,04	-	161	123	38
REF 3	0,16	-	0,02	171	151	40
EX 1	0,16	0,02	0,02	170	226	<u>161</u>
EX 2	0,16	0,04	0,01	185	210	130
EX 3	0,16	0,04	0,02	163	220	166

55 La Tabla 1 indica que la combinación de gluconato con un polímero catiónico, obtuvo resultados sinérgicos inesperados, como resultado de la mejora de la viabilidad de la composición del cemento con el tiempo.

B. Ejemplos de prueba 4-10 (diversos polímeros catiónicos con gluconato)

Se emplearon una diversidad de polímeros catiónicos, para demostrar la sorprendente flexibilidad de la formulación en términos de la elección de los polímeros catiónicos. Se emplearon los siguientes polímeros catiónicos en las formulaciones: un polímero de condensación de epíclorhidrina y dimetilamina ("EPI-DMA"); cloruro de poli-dialildimetilamonio ("DADMAC") y un producto de condensación de guanidina, cloruro de ciano amonio y formaldehído ("DICY"). Los componentes de la formulación y los porcentajes en peso en el peso del cemento se resumen en la Tabla 2.

10

Tabla 2

"PC" = dispersante de policarboxilato; "GLU" = gluconato de sodio; "CAT" = compuesto catiónico; "REF" = muestra de control de referencia; "EX" = ejemplo de prueba				
	% de PC	% de GLU	CAT	% de CAT
REF 4	0,16	0,04	-	-
EX 4	0,16	0,04	EPI-DMA (1)	0,02
EX 5	0,16	0,04	EPI-DMA (2)	0,02
EX 6	0,16	0,04	EPI-DMA (3)	0,02
EX 7	0,16	0,04	EPI-DMA (4)	0,02
EX 8	0,16	0,04	DADMAC (5)	0,02
EX 9	0,16	0,04	DADMAC-SO2 (6)	0,02
EX 10	0,16	0,04	DICY (7)	0,02

1. CAT = EPI-DMA: FL-2250 (SNF USA, USA)
 2. CAT = EPI-DMA: Pm de FL-2350 (SNF Japan, Japón) = 10.000
 3. CAT = EPI-DMA: Pm de cationmaster PD-7 (Yokkaichi Gosei) = 5.000
 4. CAT = EPI-DMA: Pm de cationmaster PD-30 (Yokkaichi Gosei) = 9.000
 5. CAT = DADMAC: Pm de PAS H5-L (Nittobo, Japón) = 40.000
 6. CAT = DADMAC-SO2: Pm de PAS A1 (Nittobo, Japón) = 5.000
 7. CAT = DICY: DEC 56 (SNF Japan, Japón)

Los resultados de la viabilidad del mortero de las formulaciones del ejemplo se resumen en la Tabla 3.

Tabla 3

"PC" = dispersante de policarboxilato; "GLU" = gluconato de sodio; "CAT" = compuesto catiónico; muestra; "EX" = muestra de prueba "REF" = control de referencia			
	4 minutos	Viabilidad (mm) 30 minutos	60 minutos
REF 4	189	149	52
EX 4	193	237	207
EX 5	195	238	198
EX 6	198	251	231
EX 7	141	220	182
EX 8	100	210	193
EX 9	186	242	213
EX 10	212	228	194

15

Como se ha visto en la Tabla 3, Los polímeros catiónicos de bajo peso molecular en combinación con gluconato, pueden restaurar la viabilidad del mortero eficazmente, a dosificaciones tan bajas como 0,02 % en el peso del cemento. Los polímeros catiónicos de mayor peso molecular no mejoran la viabilidad inicial, pero se había observado, que mejoraban la viabilidad sustancialmente a bajas dosis.

20

C. Ejemplos de pruebas comparativas 1-3

Con fines comparativos, se realizaron pruebas de mortero que contenía polímero de amonio cuaternario (EPI-DMA, FL2250) pero sin gluconato. Las cantidades de componentes, expresadas en términos de porcentaje en peso, se muestran en la Tabla 4.

25

Tabla 4.

"PC" = dispersante de policarboxilato; "GLU" = gluconato de sodio; "CAT" = compuesto catiónico; "REF" = muestra de control de referencia; "COMP" = ejemplo de prueba comparativa						
	Montmoril lonita de sodio	% de PC	% de CAT	Viabilidad (mm) 4 min	30 min	60 min
REF 5	0,00	0,16	0,00	237	256	221
REF 6	0,20	0,16	0,00	47	21	-
COMP 1	0,20	0,16	0,06	193	239	177
COMP 2	0,20	0,16	0,08	197	265	235
COMP 3	0,20	0,16	0,10	203	278	258

Como se ha visto en la Tabla 4, el polímero de amonio cuaternario solo, requeriría una dosificación de más de un 0,06 %, para restaurar la viabilidad del dispersante de policarboxilato; mientras que la formulación de la presente invención es capaz de restaurar la viabilidad con solo un 0,02 %, como se ha mostrado en los ejemplos de prueba de 1 hasta 7 (EX1-EX7).

5

D. Ejemplos de prueba 11-12

Se realizaron otras pruebas de flujo de mortero sobre la base de la norma JIS A 5201. Se usó cemento Portland ordinario (disponible localmente en Singapur). A 2500 gramos de arena fabricada en Singapur se añadió 5 gramos de arcilla montmorillonita de sodio. El diseño de la mezcla era una proporción de cemento/arena/agua/arcilla = 1000/2500/410/5 en términos de peso en gramos. El valor del flujo del mortero se midió durante un período de dos horas. Se añadió una pequeña cantidad de antiespumante a todas las mezclas para controlar el contenido de aire en la mezcla. Los componentes de la formulación y sus cantidades respectivas, expresadas en peso en gramos, se resumen en la Tabla 5.

15

Tabla 5

"HRWR" = componente catiónico reductor de agua de alto rango; "PC" = dispersante de policarboxilato; "GLU" = gluconato de sodio; "REF" = muestra de control de referencia; "EX" = muestra de prueba "CAT" =							
	HRWR	Dosis de HRWR [gramo]	GLU [gramo]	CAT (1) [gramo]	Flujo inicial [mm]	Flujo a 60 min [mm]	Flujo a 120 min [mm]
REF 7	NSFC (2)	27,6			185	121	131
REF 8	PC (3)	13,0			165	153	138
REF 9	PC (3)	14,2	0,4		146	155	149
EX 11	PC (3)	15,3	0,4	0,39	130	238	216
EX 12	PC (3)	15,8	0,4	0,65	220	250	227
REF 10	PC (3)	15,3	0,4	0,91	122	209	207

(1) CAT = EPI-DMA: solución al 50 % de FL2250 (SNF USA, USA)
 (2) NSFC = solución al 40 % de condensado de naftaleno sulfonato formaldehído
 (3) PC = solución al 45 % de mezcla de polímero de retención de asentamiento aqualoc™ de Nippon Shokuba

Como se muestra en los ejemplos de prueba anteriores, la vida de asentamiento del mortero, se mejoró considerablemente, por la combinación de gluconato (GLU) y de polímero catiónico (CAT). Los resultados para la REF 10 sugieren, que una dosificación excesiva de polímero catiónico, puede no ser necesariamente favorable para mejorar la viabilidad inicial.

20

E. Ejemplos de prueba 13-14

Se realizó una prueba de flujo de mortero sobre la base de la norma JIS A 5201. Se usó cemento Portland ordinario (disponible localmente en Singapur). A 2500 gramos de arena fabricada en Singapur se añadió 5 gramos de arcilla montmorillonita de sodio. El diseño de la mezcla es [cemento/arena/agua/arcilla] = [1000/2500/410/5 (gramos)]. El valor del flujo del mortero se midió durante períodos de 30 minutos. Se añadió una pequeña cantidad de antiespumante a toda la mezcla para controlar el aire. Los componentes de la formulación y sus respectivas cantidades expresadas en peso en gramos se resumen en la Tabla 6.

25

30

Tabla 6

"HRWR" = reductor de agua de alto rango; "PC" = dispersante de policarboxilato; "GLU" = gluconato de sodio; "CAT" = compuesto catiónico; "REF" = muestra de control de referencia; "EX" = ejemplo de prueba						
	HRWR	Dosis de HRWR [gramo]	GLU [gramo]	CAT (1) [gramo]	Flujo inicial [mm]	Flujo a 30 minutos [mm]
REF 11	NSFC (2)	28	-	-	220	174
REF 12	PC (3)	10,0	0,4	-	237	105
EX 13	PC (3)	10,0	0,4	0,6	250	130
EX 14	PC (3)	10,0	0,4	0,8	255	137
REF 13	PC (3)	10,0	0,4	1,2	255	135

(1) CAT = EPI-DMA: solución al 50 % de FL2250 (SNF USA, USA)
 (2) NSFC: solución al 40 % de condensado de naftaleno sulfonato formaldehído
 (3) PC: solución al 45 % de mezcla de polímero de retención Aqualoc de Nippon Shokubai

Como se muestra en los ejemplos, la vida de asentamiento del mortero, se mejoró significativamente, por la combinación de glucomato y de polímero catiónico.

35

F. Ejemplos de prueba 15-16

Se realizó una prueba de flujo de hormigón sobre la base de la norma SS 320. El hormigón comprendía un 50 % de escoria y un 50 % de mezcla de cemento Portland ordinario (disponible localmente en Singapur). Se usaron arena fabricada en Singapur y 5~25 mm de granito. El diseño de la mezcla era [cemento/arena/piedra/agua] = [360/869/941/195 (kg)]. Se midió el valor del flujo del mortero durante un período de 2 horas.

Tabla 7

"GLU" = gluconato de sodio; "CAT" = compuesto catiónico; "REF" = muestra de control de referencia; "EX" = ejemplo de prueba					
	GLU (1) ml/100kg cemento	CAT (2) % en peso en cemento	Asentamiento inicial [mm]	Asentamiento a 60 min [mm]	Asentamiento a 120 minutos [mm]
REF 14	400		160	110	70
EX 15	400	0,023 %	150	115	95
EX 16	400	0,046 %	155	130	110

(1) GLU = solución al 26 % de gluconato de sodio
 (2) CAT= EPI-DMA: solución al 50 % de FL2250 (SNF USA, USA)

10 Como se muestra en los ejemplos, la vida de asentamiento del hormigón, se mejoró significativamente. por la combinación de gluconato y de polímero catiónico, incluso sin la presencia de un dispersante de policarboxilato.

G. Ejemplos de prueba 17-19

15 Se realizó una prueba de flujo de mortero sobre la base de una norma JIS A 5201 modificada. Se usó cemento Portland ordinario (disponible localmente en Singapur). A esta arena fabricada en Singapur (2500 gramos), se añadió 18 gramos de arcilla montmorillonita para constituir 0,72 % en peso de arena. El diseño de la mezcla es [cemento/arena/agua/arcilla] = [1000/2500/650/18 (gramos)]. Se midió el valor del flujo del mortero durante un período de dos horas.

20

Tabla 8

"HRWR" = reductor de agua de alto rango; "PC" = dispersante de policarboxilato; "GLU" = gluconato de sodio; "CAT" = compuesto catiónico; "REF" = muestra de control de referencia; "EX" = ejemplo de prueba					
	Formulación de HRWR [% en solución]	Dosis de HRWR [gramos]	Flujo inicial [mm]	Flujo a 60 min [mm]	Flujo a 120 min [mm]
REF 15	PC (15,5 %) GLU (4 %)	30,0	154	131	126
EX 17	PC (15,5 %) GLU (4 %)	30,0	255	255	187
EX 18	CAT (1,3 %) PC (15,5 %) GLU (4 %)	30,0	255	255	255
EX 19	CAT (2,0 %) PC (15,5 %) GLU (4 %) CAT (2,6 %)	30,0	246	225	207

En resumen, la vida de asentamiento del mortero, se mejoró significativamente, por la combinación de gluconato y de polímero catiónico como se muestra en los ejemplos.

25

Las realizaciones y los ejemplos anteriores se proporcionan solamente con fines ilustrativos y no pretenden limitar el alcance de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para modificar la actividad de la arcilla y para potenciar la retención de asentamiento de una composición cementosa hidratable, que contiene un agregado fino que contiene una arcilla, que comprende:
- 5 la combinación con un agregado fino que contiene arcilla, en el que la arcilla reduce la eficacia de dosificación de un dispersante de policarboxilato en composiciones cementosas hidratables,
- (a) un dispersante de cemento de policarboxilato,
- 10 (b) un compuesto de amonio cuaternario o policuaternario o una sal del mismo, que mitigue el efecto de la arcilla sobre la eficacia de la dosificación del dispersante de cemento de policarboxilato, cuando se combina en una composición cementosa hidratable y
- (c) al menos, un ácido poli-hidroxil o hidroxil carboxílico o una sal del mismo seleccionado de entre el grupo que consiste en ácido glucónico o una sal del mismo, ácido cítrico o una sal del mismo, sorbitol y glicerol.
- 15 2. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el dispersante de policarboxilato se introduce en el agregado que contiene la arcilla antes, durante o después de que se combine con cemento en una composición cementosa hidratable.
- 20 3. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el compuesto de amonio policuaternario o la sal del mismo es un condensado de epihaloidrina alquilamina o cloruro de polidialildimetilamonio.
4. El procedimiento de la reivindicación 3, donde el condensado de epihaloidrina alquilamina es un condensado de epiclorhidrina-dimetilamina.
- 25 5. El procedimiento de la reivindicación 1, donde al menos, el ácido poli-hidroxil o hidroxil carboxílico o una sal del mismo es gluconato de sodio.
6. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el compuesto de amonio cuaternario o policuaternario o una sal del mismo, al menos, el ácido poli-hidroxil o hidroxil carboxílico o una sal del mismo y el dispersante de policarboxilato, se combinan en una composición premezclada.
- 30 7. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el dispersante del cemento de policarboxilato está presente en una cantidad de 0,001 a 2,5 % sobre la base del peso total de cemento (incluyendo cemento, puzolanas, piedra caliza y otros polvos de silicato), el compuesto de amonio cuaternario o policuaternario o una sal del mismo está presente en una cantidad de 0,1 a 1.000 ppm sobre la base del peso total del agregado fino y, al menos, el ácido poli-hidroxil o hidroxil carboxílico o una sal del mismo está presente en una cantidad de 0,1 a 1.000 ppm sobre la base del peso total del agregado fino.
- 35