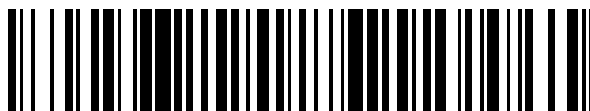


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 728 106**

51 Int. Cl.:

C04B 14/06 (2006.01)

C04B 24/16 (2006.01)

C04B 24/42 (2006.01)

C04B 28/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.06.2008 PCT/EP2008/056918**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.12.2008 WO08148804**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.06.2008 E 08760499 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.04.2019 EP 2155624**

54 Título: **Proceso para preparar un producto de cemento de azufre**

30 Prioridad:

07.06.2007 EP 07109787

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.10.2019

73 Titular/es:

**SHELL INTERNATIONALE RESEARCH
MAATSCHAPPIJ B.V. (100.0%)
Carel van Bylandtlaan 30
2596 HR The Hague, NL**

72 Inventor/es:

**BOER, JOCHEM OKKE;
HAMELINK, CORNELIS y
VERBIST, GUY LODE MAGDA MARIA**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 728 106 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

Proceso para preparar un producto de cemento de azufre

Campo de la invención

La presente solicitud se refiere a una composición previa de cemento de azufre y a un proceso para la preparación de una composición previa de cemento de azufre. La invención proporciona un proceso para la preparación de un producto de cemento de azufre. Además se describe un producto de cemento de azufre y el uso de dicha composición previa de cemento de azufre en mortero de azufre de cemento de azufre u hormigón de azufre.

Antecedentes de la invención

El cemento de azufre generalmente se refiere a un producto que comprende al menos azufre y un relleno. Para mejorar las propiedades del cemento de azufre, el azufre se puede modificar usando un modificador de azufre. Dichos modificadores son conocidos en la técnica.

Los rellenos de cemento de azufre habituales son materiales inorgánicos en forma de partículas.

Los compuestos de cemento de azufre agregados generalmente se refieren a un compuesto que comprende tanto cemento de azufre como agregado. Los ejemplos de compuestos de agregados de cemento de azufre son el mortero de azufre, el hormigón de azufre y el asfalto extendido con azufre. El asfalto extendido con azufre es asfalto, es decir, normalmente un agregado con un aglutinante que contiene relleno y una fracción de hidrocarburo residual, en donde parte del aglutinante ha sido reemplazado por azufre, habitualmente azufre modificado.

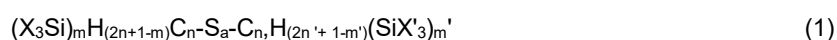
Se conoce el uso de compuestos de organosilano como agentes estabilizantes en el cemento de azufre o en las composiciones de agregados de cemento de azufre para mejorar la estabilidad del agua. En el documento US 4,164,428 por ejemplo, una composición de azufre modificada (a menudo referida a una composición de azufre plastificada) que comprende al menos 50% en peso de azufre, un modificador de azufre (a menudo referido a un plastificante de azufre), un agente de suspensión de minerales en forma de partículas finamente divididos, y se describe un agente estabilizante de organosilano. Se menciona que los organosilanos adecuados tienen la fórmula molecular general $R-Si(OR')_3$, en donde R' es un grupo alquilo de bajo peso molecular y R es un radical orgánico que tiene al menos un grupo funcional, generalmente unido al átomo de silicio por una cadena de alquilo corta. El gamma-mercaptopropiltrimetoxisilano se menciona como un organosilano preferido.

En el documento US 4,376,830 se describe una composición de agregado de cemento de azufre que comprende un cemento de azufre y un agregado que contiene una arcilla expansiva, y los procesos para preparar dichas composiciones. Los procesos y las composiciones resultantes, se caracterizan por la adición de ciertos compuestos de organosilano en la composición antes de solidificarla (enfriarla). Se menciona que los organosilanos adecuados tienen la fórmula $Z-Si(R^1R^2R^3)$, en donde R^1 , R^2 y R^3 pueden ser grupos alcoxi inferiores, y Z es un radical orgánico unido a Si a través de un átomo de carbono, y tiene al menos un grupo reactivo de azufre fundido. Z puede ser, por ejemplo, mercaptoalquilo. Gamma-mercaptopropiltrimetoxisilano se menciona como un organosilano preferido. Gamma-mercaptopropiltrimetoxisilano es muy tóxico y tiene un olor muy desagradable. La composición solidificada resultante tiene una estabilidad mejorada al agua. Sin embargo, todavía hay espacio para mejorar la estabilidad al agua de la composición anterior de agregados de cemento de azufre.

Sumario de la invención

Se ha encontrado ahora que un agente estabilizante elegido de un grupo diferente de organosilanos, es decir, organosilanos que contienen polisulfuro que tienen al menos dos grupos organosililo, puede usarse para preparar productos de cemento de azufre con un comportamiento mejorado de absorción de agua. Adicionalmente, se ha encontrado que los productos preparados tienen una resistencia mejorada comparados con los compuestos preparados utilizando los agentes estabilizantes de la técnica anterior. Más importante aún, estos nuevos agentes estabilizantes permiten la preparación de una composición previa de cemento de azufre a partir de azufre elemental y el agente estabilizante.

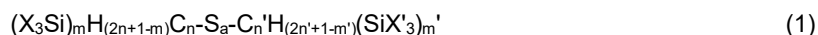
Por consiguiente, en este documento se describe una composición previa de cemento de azufre, que comprende azufre y al menos un organosilano que contiene polisulfuro en una cantidad de al menos 0,3% en peso en base al peso de la composición total, cuyo organosilano que contiene polisulfuro es de la fórmula molecular general:



en donde a es un número entero en el intervalo de 2 a 8, X y X' son cada uno, independientemente, un grupo hidrolizable, n y n' son, independientemente, un número entero en el intervalo de 1 a 4, y m y m' cada uno son, independientemente, un número entero en el intervalo de 1 a $(2n+1)$.

La preparación de la composición previa de cemento de azufre también se describe en el presente documento, que comprende mezclar azufre con al menos un organosilano que contiene polisulfuro en una cantidad de al menos

0,3% en peso en función del peso de la composición total para obtener una composición previa de cemento de azufre, en cuyo proceso el organosilano que contiene polisulfuro es de la fórmula molecular general:

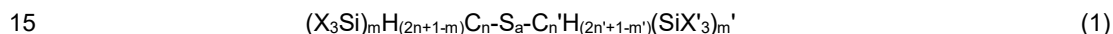


5 en donde a es un número entero en el intervalo de 2 a 8, X y X' son cada uno, independientemente, un grupo hidrolizable, n y n' son, independientemente, un número entero en el intervalo de 1 a 4, y m y m" cada uno son, independientemente, un número entero en el intervalo de 1 a (2n+1).

La invención proporciona un proceso para la preparación de un producto de cemento de azufre que comprende las siguientes etapas:

10 mezclar al menos una composición previa de cemento de azufre y un material inorgánico en forma de partículas a una temperatura a la cual el azufre se funde para obtener un producto de cemento de azufre fundido; y

solidificar el producto de cemento de azufre fundido, en donde la composición previa de cemento de azufre comprende azufre y al menos un organosilano que contiene polisulfuro en una cantidad de al menos 0,3 % en peso en base al peso de la composición total, cuyo organosilano que contiene polisulfuro es de la fórmula molecular general:



en donde a es un número entero en el intervalo de 2 a 8, X y X' son cada uno, independientemente, un grupo hidrolizable, n y n' son, independientemente, un número entero en el intervalo de 1 a 4, y m y m" son cada uno, independientemente, un número entero en el intervalo de 1 a (2n+1).

20 Se describe un producto de cemento de azufre que puede obtenerse mediante un proceso para la preparación de un producto de cemento de azufre de acuerdo con la invención.

El uso de una composición previa de cemento de azufre en cemento de azufre, mortero de azufre, hormigón de azufre o asfalto extendido con azufre también se describe en este documento.

25 En este documento se hace referencia a una composición previa de cemento de azufre a una composición la cual, después de la adición de un material inorgánico en forma de partículas, y opcionalmente azufre, forma un producto de cemento de azufre, p. ej. un cemento de azufre, un mortero de azufre, un hormigón de azufre o un asfalto extendido con azufre.

30 Una ventaja del uso de un organosilano que contiene polisulfuro de acuerdo con la fórmula general (1) es que se puede preparar una composición previa de cemento de azufre que comprende el organosilano que contiene polisulfuro y azufre. Dicha composición previa de cemento de azufre puede contener altas concentraciones de organosilano que contiene polisulfuro. Cuando sea necesario, esta composición previa se prepara por separado y se puede proporcionar en volúmenes relativamente pequeños.

35 Otra ventaja es que la composición previa de cemento de azufre preparada usando un organosilano que contiene polisulfuro de acuerdo con la fórmula general (1) proporciona la funcionalidad deseada del agente estabilizante cuando se usa en la preparación de un producto de cemento de azufre, tal como los compuestos de cemento de azufre o de agregados de cemento de azufre.

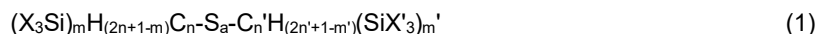
Una ventaja adicional del uso de un organosilano que contiene polisulfuro de acuerdo con la fórmula general (1) en comparación con el uso conocido de gamma-mercaptopropiltrimetoxisilano como agente estabilizante en productos de cemento de azufre es que la absorción de agua del producto de cemento de azufre es significativamente menor.

40 Una ventaja más adicional es que el producto de cemento de azufre preparado de acuerdo con la invención tiene propiedades mecánicas mejoradas en comparación con los productos de cemento de azufre preparados con otros organosilanos (por ejemplo, gamma-mercaptopropil-trimetoxisilano).

Una ventaja aún más adicional del uso de una composición previa de cemento de azufre basada en un organosilano que contiene polisulfuro con al menos dos grupos organosililo es que tiene una toxicidad mucho menor que el gamma-mercaptopropil-trimetoxisilano y que no tiene olor desagradable.

45 Descripción detallada del invento

La composición previa de cemento de azufre descrita en este documento comprende azufre y al menos un organosilano que contiene polisulfuro. El organosilano es un organosilano que contiene polisulfuro que tiene al menos dos grupos organosililo que tienen la fórmula molecular general:



En la fórmula molecular general (1), a es un número entero en el intervalo de 2 a 8, preferiblemente de 2 a 6. X y X' son cada uno, independientemente, un grupo hidrolizable, preferiblemente un grupo halógeno, alcoxi, aciloxi o ariloxi, más preferiblemente un grupo alcoxi inferior, incluso más preferiblemente un grupo alcoxi con 1 a 4 átomos de carbono (por ejemplo, metoxi o etoxi). Los números n y n' son cada uno, independientemente, un número entero en el intervalo de 1 a 4, y m y m' son, independientemente, un número entero en el intervalo de 1 a (2n+1). Preferiblemente, n tiene el mismo valor que n' y m preferiblemente tiene el mismo valor que m'. Preferiblemente, m y m' ambos son 1 o 2, más preferiblemente ambos m y m' son 1. Preferiblemente, X es el mismo grupo hidrolizable que X'. Los organosilanos particularmente preferidos son bis(3-trietoxisililpropil)tetrasulfuro, bis(3-trimetoxisililpropil)disulfuro, bis(3-trimetoxisililpropil)trisulfuro, bis(3-trimetoxisililpropil) tetrasulfuro.

La composición previa de cemento de azufre comprende al menos 0,3% en peso del organosilano que contiene polisulfuro en base al peso de la composición total. Más preferiblemente, la composición previa de cemento de azufre comprende en el intervalo de 0,3 a 25% en peso (preferiblemente, 0,5 a 10% en peso, más preferiblemente 1 a 10% en peso) del organosilano que contiene polisulfuro en base al peso total de la composición. Dicha composición previa de cemento de azufre puede, por ejemplo, producirse ventajosamente fuera del sitio y usarse en el lugar en pequeños volúmenes. La composición previa del cemento de azufre puede contener una concentración de organosilano que contiene polisulfuro, que es más alta que la concentración utilizada normalmente en un proceso para preparar un producto de cemento de azufre. Cuando se usa en el sitio para preparar por ejemplo un producto de cemento de azufre, tal como una composición previa de cemento de azufre se puede agregar adecuadamente a un material inorgánico en cantidades tales que satisfagan la necesidad de un agente estabilizante. El producto de cemento de azufre se puede completar añadiendo azufre adicional y otros ingredientes si estos no estuvieran suficientemente presentes en la composición previa del cemento de azufre. La composición previa de cemento de azufre es normalmente sólida en condiciones ambientales, en contraste con el organosilano que contiene polisulfuro (generalmente líquido). El uso de la composición previa de cemento de azufre elimina la necesidad de transportar y almacenar in situ los organosilanos que contienen polisulfuro.

Además, la composición previa del cemento de azufre puede comprender un modificador de azufre. Normalmente, la composición previa de cemento de azufre puede comprender modificadores de azufre en una cantidad en el intervalo de 0,1 a 10% en peso en base al peso de azufre. Dichos modificadores son conocidos en la técnica. Los ejemplos de tales modificadores son polisulfuros alifáticos o aromáticos o compuestos que forman polisulfuros por reacción con azufre. Ejemplos de compuestos que forman polisulfuros son naftaleno o compuestos olefínicos tales como 5-etiliden-2-norborneno (ENB) o 5-vinil-2-norborneno (VNB), dicitlopentadieno, limoneno o estireno.

Se apreciará que el grupo polisulfuro del organosilano que contiene polisulfuro y el azufre puedan interactuar. Sin embargo, dichas interacciones no afectan a los grupos silano del organosilano que contiene polisulfuro.

Las composiciones previas de cemento de azufre se pueden usar en estado sólido o fundido, por ejemplo para preparar un producto de cemento de azufre.

En este documento también se describe un proceso para preparar una composición previa de cemento de azufre. En este proceso, el azufre se mezcla con al menos el organosilano que contiene polisulfuro en una cantidad de al menos 0,3% en base al peso de la composición total, para obtener una composición previa de cemento de azufre. El organosilano que contiene polisulfuro puede mezclarse con el azufre por cualquier medio conocido en la técnica. Para facilitar la mezcla con el azufre, el organosilano que contiene polisulfuro puede disolverse primero en una pequeña cantidad de disolvente, por ejemplo un alcohol o un hidrocarburo. El disolvente tiene preferiblemente un punto de ebullición tal que se evapora durante la etapa de mezcla.

Preferiblemente, el azufre y el organosilano que contiene polisulfuro se mezclan a la temperatura de fusión del azufre. Alternativamente, la composición previa de cemento de azufre obtenida se calienta y se mezcla a la temperatura de fusión del azufre. La temperatura de fusión del azufre es normalmente superior a 120 °C, preferiblemente en el intervalo de 120 a 150 °C, más preferiblemente en el intervalo de 125 a 140 °C.

La mezcla a la temperatura de fusión del azufre puede proporcionar una distribución homogénea del organosilano que contiene polisulfuro en el azufre.

En caso de que el azufre y el organosilano que contiene polisulfuro se mezclen a la temperatura de fusión del azufre, o la composición previa de cemento de azufre obtenida se calienta y se mezcla a la temperatura de fusión del azufre, la composición previa de cemento de azufre obtenida puede ser enfriada a una temperatura a la cual se solidifica el azufre. La composición previa de cemento de azufre sólido se puede almacenar o transportar fácilmente.

Como se mencionó anteriormente en este documento, la composición previa de cemento de azufre se puede usar adecuadamente para preparar un producto de cemento de azufre. La referencia en este documento a un producto de cemento de azufre es a un cemento de azufre o a un compuesto de agregado de cemento de azufre.

Un cemento de azufre se refiere normalmente a una composición que comprende azufre o azufre modificado y un relleno. Los rellenos de cemento de azufre habituales son materiales inorgánicos en forma de partículas con un tamaño de partícula promedio en el intervalo de 0,1 mm a 0,1 mm. El contenido de relleno de cemento de azufre

puede variar ampliamente, pero normalmente está en el intervalo de 1 a 50% en peso, en base al peso total del cemento.

Los compuestos de agregados de cemento de azufre generalmente se refieren a un compuesto que comprende cemento de azufre y un agregado de material inorgánico en forma de partículas. Los ejemplos de compuestos de agregados de cemento de azufre son el mortero de azufre, el hormigón de azufre y el asfalto extendido de azufre. El mortero comprende agregado fino, normalmente con partículas que tienen un diámetro promedio entre 0,1 y 5,0 mm, por ejemplo arena. El hormigón comprende agregado grueso, normalmente con partículas que tienen un diámetro promedio de entre 5 y 40 mm. El asfalto extendido de azufre es asfalto, es decir, normalmente agregado con un aglutinante que contiene relleno y una fracción de hidrocarburo residual, en donde parte del aglutinante ha sido reemplazado por azufre, habitualmente azufre modificado.

En el proceso para la preparación del producto de cemento de azufre de acuerdo con la invención, se prepara un producto de cemento de azufre mezclando en la etapa (a) al menos una composición previa de cemento de azufre como se describe en este documento y un material inorgánico en forma de partículas a la temperatura de fusión del azufre para obtener un producto de cemento de azufre fundido. En la etapa (b), después de la etapa de mezcla (a), el producto de cemento de azufre fundido se deja solidificar. Normalmente, la solidificación tiene lugar permitiendo que el producto de cemento de azufre fundido se enfríe a una temperatura por debajo de la temperatura de fusión del azufre.

En la etapa (a), un material inorgánico en forma de partículas se mezcla con la composición previa de cemento de azufre. En el caso de un proceso para la preparación de cemento de azufre, el material inorgánico es un relleno inorgánico. En el caso de que el proceso para preparar un producto de cemento de azufre se use para la preparación de un compuesto de agregado de cemento de azufre, el material inorgánico en forma de partículas puede ser relleno y agregado. El material inorgánico en forma de partículas que se mezcla con la composición previa de cemento de azufre en la etapa (a) puede ser cualquier material inorgánico en forma de partículas que se sepa que es adecuado como relleno o agregado de cemento de azufre. Preferiblemente, el material inorgánico en forma de partículas que se mezcla con la composición previa de cemento de azufre en la etapa (a) tiene grupos óxido o hidroxilo en su superficie. Los ejemplos de materiales inorgánicos en forma de partículas adecuados son sílice, cenizas volantes, piedra caliza, cuarzo, óxido de hierro, alúmina, titanina, negro de carbón, yeso, talco o mica, arena, grava, roca o silicatos metálicos. Dichos silicatos metálicos se forman por ejemplo al calentar lodos que contienen metales pesados para inmovilizar los metales. Más preferiblemente el material inorgánico en forma de partículas es una sílice o un silicato. Los ejemplos de dichas sílice o silicatos son cuarzo, arena, silicatos metálicos (p. ej., mica).

En el caso de que los silicatos metálicos formados por los lodos de calentamiento para la inmovilización de metales pesados se usen como material inorgánico en forma de partículas, el calor que está disponible en los lodos calentados se puede usar ventajosamente en el proceso de preparación del producto de cemento de azufre de acuerdo con la invención. Esto se puede hacer por ejemplo utilizando vapor que se genera durante el enfriamiento de los silicatos metálicos para calentar el azufre o los ingredientes del proceso de acuerdo con la invención.

La etapa (a) se lleva a cabo a la temperatura de fusión del azufre, es decir, normalmente por encima de 120 °C, preferiblemente en el intervalo de 120 a 150 °C, más preferiblemente en el intervalo de 125 a 140 °C. Las condiciones bajo las que el material inorgánico en forma de partículas se mezcla con la composición previa de cemento de azufre son preferiblemente tales que el organosilano comprendido en la composición previa de cemento de azufre se deja reaccionar con el material inorgánico. El tiempo de reacción está normalmente en el intervalo de 20 minutos a 3 horas, preferiblemente de 30 minutos a 2 horas.

Opcionalmente el azufre y, opcionalmente otros ingredientes como los modificadores de azufre o el material inorgánico en forma de partículas, se pueden mezclar con la composición previa del cemento de azufre y el material inorgánico en forma de partículas en la etapa (a). Preferiblemente, todos los ingredientes del producto de cemento de azufre se mezclan a una temperatura a la que el azufre es líquido.

La composición previa de cemento de azufre se mezcla con el material inorgánico en forma de partículas en cantidades tales que el producto de cemento de azufre fundido comprende organosilanos que contienen polisulfuro en el intervalo de 0,01 a 0,2% en peso, preferiblemente de 0,02 a 0,1% en peso, en base al peso del material inorgánico en forma de partículas. Si los organosilanos que contienen polisulfuro han reaccionado, la composición previa del cemento de azufre se mezcla en una cantidad tal que esté presente un número equivalente de grupos silano.

Ejemplos

La invención se ilustra adicionalmente por medio de los siguientes ejemplos no limitativos.

Preparación de la composición previa del cemento de azufre

La composición previa de cemento de azufre se preparó calentando 99 partes en peso de azufre y 1 parte en peso de bis(3-trietoxisililpropil)tetrasulfuro (TESPT, antigua Degussa) a una temperatura de 140 °C mientras se mezcla continuamente. Posteriormente, la composición previa fundida se enfrió a temperatura ambiente.

Preparación de mortero

Se prepararon ocho muestras diferentes. En la preparación del mortero 1, no se utilizó organosilano. En la preparación de los morteros 2 a 5, 7 y 8 se trató previamente arena con un organosilano y en el mortero 6 se utilizó una composición previa de cemento de azufre de acuerdo con la invención.

5 Mortero de azufre 1 (no de acuerdo con la invención)

El mortero de azufre 1 se preparó mezclando 27,83 gramos de arena seca (Normsand) como agregado, 16,83 gramos de cuarzo como relleno y 10,35 gramos de azufre elemental. Se mezclaron arena, cuarzo y azufre a 150 °C hasta obtener una mezcla homogénea. La mezcla se prensó luego en un molde cilíndrico de acero que se precalentó a 150 °C. El cilindro de mortero así formado se desmoldó. Los cilindros tenían un diámetro de 30 mm.

10 Mortero de azufre 2 (no de acuerdo con la invención)

Como el mortero 1, con la diferencia de que la Normsand seca se trata primero con 0,0275 gramos de 3-trimetoxisililpropano-1-tiol (antigua Degussa). El 3-trimetoxisililpropano-1-tiol se añade a la arena. Se añadió una cantidad de etanol suficiente para humedecer completamente las partículas de arena. La mezcla se secó luego a 70-80 °C hasta que se evaporó el etanol. La mezcla se calentó a 130 °C y se mantuvo durante una hora a esa temperatura para permitir que el 3-trimetoxisililpropano-1-tiol reaccionara con la arena. Se agregaron azufre líquido y relleno de cuarzo y se mezclaron con los otros ingredientes durante aproximadamente 5 minutos a 150 °C. Los cilindros de mortero se hicieron como se describió anteriormente para el mortero 1.

Mortero de azufre 3 (no de acuerdo con la invención)

Como el mortero 2, pero ahora la arena se trata previamente con 0,0275 gramos de metacrilato de 3-trimetoxisililpropilo (antigua Degussa) en lugar de 3-trimetoxisililpropano-1-tiol.

Mortero de azufre 4 (no de acuerdo con la invención)

Como el mortero 2, pero ahora la arena se trata previamente con 0,0275 gramos de TESPT en lugar de 3-trimetoxisililpropano-1-tiol.

Mortero de azufre 5 (no de acuerdo con la invención)

Como el mortero 4, pero ahora 1057,5 gramos de arena seca (Normsand) como agregado, se usaron 630 gramos de cuarzo como carga y 562,2 gramos de azufre elemental. La arena fue tratada previamente con 1,35 gramos de TESPT. El mortero de azufre fundido se fundió en un molde de 4 por 4 por 16 cm y se dejó enfriar a temperatura ambiente.

Mortero de azufre 6 (de acuerdo con la invención)

Se calentaron 427,5 gramos de azufre elemental a 130 °C hasta que todo el azufre se fundió. Posteriormente, se añadieron al azufre fundido 1057,5 gramos de arena seca (Normsand) precalentada a una temperatura de 150 °C, mientras se mezcló hasta obtener una mezcla homogénea. Después se añadieron a la mezcla (como relleno) 630 gramos de cuarzo, precalentado a una temperatura de 150 °C, y se continuó mezclando hasta obtener una mezcla homogénea. Se añadieron 135 gramos de composición previa de azufre a la mezcla homogénea y se continuó mezclando hasta obtener una mezcla homogénea. El mortero de azufre fundido se fundió en un molde de 4 por 4 por 16 cm y se dejó enfriar a temperatura ambiente.

Mortero de azufre 7 (no de acuerdo con la invención)

Como el mortero de azufre 4, pero ahora la arena se trata previamente con 0,0330 gramos de TESPT.

Mortero de azufre 8 (no de acuerdo con la invención)

Como el mortero de azufre 2, pero ahora la arena se trata previamente con 0,0330 gramos de 3-trimetoxisililpropano-1-tiol.

Ejemplos

Ejemplo 1: Absorción de agua

Las muestras moldeadas de los morteros de azufre 1 a 6 se sumergieron en agua durante 2 días. Se determinó el aumento de masa. En la tabla 1, se muestran los resultados.

Los morteros preparados con TESPT (morteros 4 a 6) tienen una captación de agua significativamente menor que los morteros preparados con organosilanos con un solo grupo organosililo funcionalizado (morteros 2 y 3). Se cree que esto refleja una unión mejorada entre el relleno/agregado y el azufre. La absorción de agua de los morteros de

azufre preparados utilizando la composición previa de cemento de azufre es comparable a la absorción de agua de los productos de cemento de azufre preparados aplicando primero TESPT a la arena antes de mezclar el azufre.

Tabla 1 Absorción de agua de los morteros 1 a 6

Mortero	Organosilano	Aumento de masa (%)
1	ninguna	0,73
2	3-trimetoxisililpropano-1-tiol*	0,14
3	metacrilato de 3-trimetoxisililpropilo	0,14
4	TESPT recubierto de arena	<0,01
5	TESPT recubierto de arena	<0,01
6	TESPT en la composición previa de cemento de azufre	<0,01
* 3-trimetoxisililpropano-1-tiol es el nombre IUPAC para gamma-mercaptopropiltrimetoxisilano.		

5 Ejemplo 2: Compresión y resistencia a la flexión

La resistencia a la compresión bajo compresión de muestras moldeadas de morteros 5 a 8 se determinó en una prueba de compresión controlada por tensión utilizando un controlador Zwick TT0727 con una celda de carga de 300 kN, una velocidad de prueba de 2,4 kN/s, una precarga de 119,64 kN y una velocidad de precarga de 2,4 kN/s. La resistencia a la compresión (en N/mm²) se muestra en la tabla 2.

- 10 La resistencia a la flexión (en N/mm²) se determinó en un experimento de carga de tres puntos con una carga creciente (0,05 kN/s). Los resultados se muestran en la tabla 2.

Tabla 2 Propiedades mecánicas de los morteros de azufre

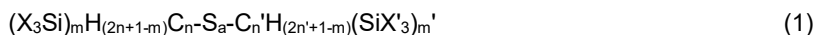
Mortero	organosilano	concentración de organosilano (% en peso) ^a	fuerza compresiva (N/mm ²)	fuerza flexible (N/mm ²)
5	TESPT en arena	0,06	90,85	9,67
6	TESPT en la composición previa de cemento de azufre	0,06	93,07	9,79
7	TESPT en arena	0,07	80,70	15,10
8	TMSP-1-tiol ^b	0,07	70,00	
a. concentración de organosilano en % en peso en base al peso total de la composición				
b. TMSP-1-tiol: 3-trimetoxisililpropano-1-tiol				

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la preparación de un producto de cemento de azufre que comprende las siguientes etapas:

(a) mezclar al menos una composición previa de cemento de azufre y un material inorgánico en forma de partículas a la temperatura de fusión del azufre para obtener un producto de cemento de azufre fundido; y

5 (b) solidificar el producto de cemento de azufre fundido, en donde la composición previa de cemento de azufre comprende azufre y al menos un organosilano que contiene polisulfuro en una cantidad de al menos 0,3% en peso en base al peso de la composición total, de la cual el organosilano que contiene polisulfuro es de la fórmula molecular general:



10 en donde a es un número entero en el intervalo de 2 a 8, X y X' son cada uno, independientemente, un grupo hidrolizable, n y n' son, independientemente, un número entero en el intervalo de 1 a 4, y m y m' cada uno son, independientemente, un número entero en el intervalo de 1 a (2n+1).

2. Un proceso para la preparación de un producto de cemento de azufre según la reivindicación 1, en el que la composición previa de cemento de azufre comprende en el intervalo de 0,3 a 25% en peso, preferiblemente, de 0,5 a 10% en peso, más preferiblemente de 1 a 10% en peso de organosilano que contiene polisulfuro en base al peso de la composición total.

3. Un proceso para la preparación de un producto de cemento de azufre según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el organosilano que contiene polisulfuro es bis(3-trietoxisililpropil) tetrasulfuro.

20 4. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la composición previa de cemento de azufre se mezcla con el material inorgánico en forma de partículas en una cantidad tal que el producto de cemento de azufre fundido comprende organosilanos que contienen polisulfuro en el intervalo de 0,01 a 0,20% en peso %, preferiblemente de 0,02 a 0,10% en peso, en base al peso de material inorgánico en forma de partículas.