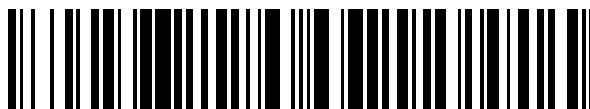


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 796 926**

51 Int. Cl.:

C04B 22/00 (2006.01)

C04B 28/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.12.2015** **E 15306941 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.04.2020** **EP 3176137**

54 Título: **Procedimiento para la producción de una espuma mineral ultraligera**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
30.11.2020

73 Titular/es:
HOLCIM TECHNOLOGY LTD (100.0%)
Zürcherstrasse 156
8645 Jona , CH

72 Inventor/es:
BOST, PASCAL;
SABIO, SERGE;
CHAUMILLIAT, CHRISTINE y
LOMBOIS-BURGER, HÉLÈNE

74 Agente/Representante:
CURELL SUÑOL, S.L.P.

ES 2 796 926 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de una espuma mineral ultraligera

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de una espuma mineral ultraligera con una base de cemento Portland y a la utilización de semillas de cristalización de CSH para mejorar la estabilidad mecánica y/o reducir el colapso de una lechada de cemento espumado.
- 10 Generalmente, una espuma mineral, en particular una espuma de cemento, es muy ventajosa para muchas aplicaciones debido a sus propiedades, tales como sus propiedades de aislamiento térmico, sus propiedades de aislamiento acústico, su durabilidad, su resistencia al fuego y su fácil implementación.
- 15 Una espuma mineral es un material en forma de una espuma. Este material es generalmente más ligero que el hormigón típico debido a sus poros o espacios vacíos. Estos poros o espacios vacíos se deben a la presencia de aire en la espuma mineral y pueden estar en forma de burbujas. Se entiende que una espuma ultraligera es una espuma que presenta generalmente una densidad en su estado seco de entre 20 y 300 kg/m³.
- 20 Cuando se vierte una espuma mineral en un elemento, la espuma mineral puede colapsarse debido a una falta de estabilidad en la espuma mineral, por ejemplo, durante su colocación o antes de que se endurezca.
- 25 Dichos problemas pueden deberse a fenómenos de coalescencia, a fenómenos de maduración de Ostwald, a presión hidrostática o a fenómenos de drenaje, siendo estos últimos mayores en particular en el caso de elementos de altura importante.
- 30 Por tanto, la dificultad en la producción de espumas minerales es producir una espuma mineral estable que reduzca estos problemas de colapso. Sin embargo, los procedimientos conocidos para proporcionar espumas minerales suficientemente estables requieren composiciones de cemento que comprenden numerosos aditivos y que son difíciles y costosas de realizar.
- 35 En el documento US 5.696.1741 ya se ha propuesto la utilización simultánea de componentes (i) catiónicos y (ii) aniónicos para obtener espumas minerales. Dichas espumas cementosas comprenden estearatos de amonio como componente aniónico y un componente catiónico denominado Arquad T.
- 40 La solicitud WO 2013/150148 describe espumas minerales basadas en cemento que comprenden diferentes mezclas. Estas espumas pueden comprender cemento de aluminato de calcio con el fin de permitir un rápido endurecimiento, o componentes minerales finos además de cemento Portland. No obstante, la densidad más baja lograda con este procedimiento está limitada principalmente a 100 kg/m³.
- 45 La solicitud de patente WO 2011/086333 describe espumas minerales basadas en cementos aluminosos. La alta reactividad de estos cementos permite ciertamente la formación de espumas minerales estables y homogéneas, pero los altos costes y la alta reactividad dan como resultado que esta invención es, en muchos casos, difícil de utilizar por el usuario.
- 50 La solicitud EP 1088800 A2 divulga un procedimiento para la producción de una espuma mineral, en el que se espuma una lechada que comprende cemento Portland y partículas de silicato de calcio, se cuela y se deja endurecer.
- 55 Con el fin de cumplir los requisitos de usuarios, se ha vuelto necesario encontrar una formulación para una espuma mineral ultraligera y altamente estable, cuya realización sea sencilla y provoque un bajo coste.
- Además, el problema que pretende resolver la invención es encontrar una formulación para una espuma mineral estable y ultraligera, que no se colapse cuando se vierte la espuma en vertical y cuya realización no requiera relativamente ningún esfuerzo y provoque un bajo coste.
- 60 La invención se refiere a un procedimiento para la producción de una espuma mineral según la reivindicación 1.
- El procedimiento proporcionado por la presente invención presenta una o más de entre las siguientes características:
- 60 - el procedimiento es universal, es decir que hace posible producir una espuma mineral estable a partir de cualquier tipo de cemento;
 - el procedimiento es fácil de implementar;
 - 65 - el procedimiento puede transportarse fácilmente a cualquier sitio u obra;

- el procedimiento hace posible implementar una espuma mineral de manera continua. Por tanto, es posible producir la espuma mineral de manera continua y verter esta espuma sin interrupción.

El procedimiento para la producción de una espuma mineral según la invención puede utilizarse en un sistema discontinuo o continuo.

La espuma mineral proporcionada por el procedimiento de la presente invención presenta una o más de entre las siguientes características:

- la espuma mineral presenta propiedades de estabilidad excelentes. En particular, es posible obtener espuma que no se colapsa o sólo lo hace muy ligeramente cuando se vierte la espuma en vertical o desde una altura considerable. Por ejemplo, la espuma mineral no se colapsa o sólo lo hace muy ligeramente cuando se vierte en vertical desde una altura mayor que, o igual a 2 metros;
- la espuma mineral presenta propiedades térmicas excelentes, y en particular una conductividad térmica muy baja. Es altamente deseable reducir la conductividad térmica en materiales de construcción dado que hace posible obtener ahorros de energía calorífica para edificios de residencias y oficinas. Además, esta disminución hace posible reducir los puentes térmicos, en particular en la construcción de edificios de varios pisos de altura y diseñados utilizando aislamiento térmico para interior. En particular, se reducen los puentes térmicos en los pisos intermedios.

El cemento es un aglutinante hidráulico que comprende por lo menos el 50% en peso de CaO y de SiO₂. Por tanto, el cemento puede contener otros componentes además de CaO y SO₂, en particular escoria, humo de sílice, materiales puzolánicos (naturales y calcinados), ceniza volante (sílicea y cálcica) y/o caliza.

El cemento Portland tal como se utiliza en la invención puede ser cualquier tipo de cemento Portland, independientemente de cuál sea su composición química, y en particular independientemente de cuál sea su contenido en materiales alcalinos. Por tanto, una de las ventajas de la invención es no tener que seleccionar un tipo específico de cemento Portland. Ventajosamente, el cemento Portland utilizado en la invención se selecciona de entre los cementos fácilmente disponibles en el mercado.

El cemento adecuado utilizado en la etapa (i) de la invención es preferentemente los cementos descritos según la norma europea NF EN 197-1 de abril de 2012 o mezclas de los mismos, preferentemente cemento de los tipos CEM I, CEM II, CEM III, CEM IV o CEM V.

La relación de agua/cemento (relación p/p) de la lechada de cemento preparada en la etapa (i) es preferentemente de 0.25 a 0.5, más preferentemente de 0.28 a 0.35, en particular 0.29. La relación de agua/cemento puede variar, por ejemplo, debido a la demanda de agua de las partículas minerales cuando se utilizan. La relación de agua/cemento se define como la relación en masa de la cantidad de agua (W) con respecto a la masa de cemento Portland seca (C).

La lechada de cemento preparada en la etapa (i) puede comprender un reductor de agua, tal como un plastificante o un superplastificante. Un reductor de agua hace posible reducir la cantidad de agua de mezclado para una trabajabilidad dada normalmente en un 10-15%. A modo de ejemplo de reductores de agua, pueden mencionarse lignosulfonatos, ácidos hidroxicarboxílicos, hidratos de carbono y otros compuestos orgánicos específicos, por ejemplo, glicerol, poli(alcohol vinílico), aluminato-metil-siliconato de sodio, ácido sulfanílico y caseína tal como se describe en Concrete Admixtures Handbook, Properties Science and Technology, V.S. Ramachandran, Noyes Publications, 1984.

Los superplastificantes pertenecen a una nueva clase de reductores de agua y pueden reducir los contenidos en agua del agua de mezclado, para una trabajabilidad dada, en aproximadamente un 30% en masa. A título de ejemplo de un superplastificante, pueden indicarse los superplastificantes de PCP sin un agente antiespumante. El término "PCP" o "polioxi-polycarboxilato" debe entenderse según la presente invención como copolímero de ácidos acrílicos o ácidos metacrílicos y sus ésteres de polioxitileno (POE).

Preferentemente, la lechada de cemento comprende del 0.05 al 1%, más preferentemente del 0.05 al 0.5% de un reductor de agua, un plastificante o un superplastificante, porcentaje expresado en masa con respecto a la masa de cemento seca.

Preferentemente, la lechada de cemento no comprende un agente antiespumante o ningún agente que presente la propiedad de desestabilizar una emulsión de aire/líquido. Determinados superplastificantes comerciales pueden contener agentes antiespumantes y por consiguiente estos superplastificantes no son aptos para la lechada de cemento utilizada para producir la espuma mineral según la invención.

Preferentemente, la lechada de cemento utilizada para producir la espuma mineral comprende del 0.05 al 2.5% en peso de un acelerador, expresado como masa seca con respecto a la masa de cemento seca.

- Según una forma de realización de la invención, pueden añadirse otros aditivos a la lechada de cemento o a la espuma acuosa. Dichos aditivos pueden ser agentes espesantes, agentes viscosificantes, agentes de atrapamiento de aire, retardadores del endurecimiento, pigmentos coloreados, perlas de vidrio huecas, agentes formadores de película, agentes hidrófobos o agentes descontaminantes (por ejemplo, zeolitas o dióxido de titanio), látex, fibras orgánicas o minerales, adiciones minerales o sus mezclas. Preferentemente, los aditivos no comprenden ningún agente desespumante.
- La expresión “agente espesante” debe entenderse generalmente como cualquier compuesto que hace posible mantener las fases físicas heterogéneas en equilibrio o facilitan este equilibrio. Los agentes espesantes adecuados son preferentemente gomas, celulosa o sus derivados, por ejemplo, éteres de celulosa o carboximetilcelulosa, almidón o sus derivados, gelatina, agar, carragenanos o arcillas de bentonita.
- Según una forma de realización de la invención, la lechada de cemento utilizada para producir la espuma mineral puede comprender además partículas minerales. Preferentemente, la lechada de cemento utilizada para producir la espuma mineral puede comprender del 0 al 50% de partículas minerales, más preferentemente del 5 al 40%, lo más preferentemente del 5 al 35%, expresándose los porcentajes en masa con respecto a la masa de lechada de cemento espumado.
- Las partículas minerales adecuadas se seleccionan de entre carbonato de calcio, sílice, vidrio triturado, perlas de vidrio macizas o huecas, gránulos de vidrio, polvos de vidrio expandido, aerogeles de sílice, humo de sílice, escorias, arenas síliceas sedimentarias trituradas, ceniza volante o materiales puzolánicos o mezclas de los mismos.
- Las partículas minerales utilizadas según el procedimiento de la presente invención pueden ser escorias (por ejemplo, tal como se define en la norma europea NF EN 197-1 de abril de 2012, párrafo 5.2.2), materiales puzolánicos (por ejemplo tal como se define en la norma europea NF EN 197-1 de abril de 2012, párrafo 5.2.3), ceniza volante (por ejemplo, tal como se describe en la norma europea NF EN 197-1 de abril de 2012, párrafo 5.2.4), esquistos calcinados (por ejemplo, tal como se describe en la norma europea NF EN 197-1 de abril de 2012, párrafo 5.2.5), material que contiene carbonato de calcio, por ejemplo caliza (por ejemplo, tal como se define en la norma europea NF EN 197-1 párrafo 5.2.6), humo de sílice (por ejemplo, tal como se define en la norma europea NF EN 197-1 de abril de 2012, párrafo 5.2.7), adiciones síliceas (por ejemplo, tal como se define en la norma sobre “hormigón” NF P 18-509), metacaolín o mezclas de los mismos.
- La ceniza volante son partículas generalmente pulverulentas comprendidas en humos procedentes de centrales térmicas que se alimentan con carbón. La ceniza volante se recupera generalmente mediante precipitación electrostática o mecánica.
- Las escorias se obtienen generalmente mediante enfriamiento rápido de escoria fundida resultante de la fundición de mena de hierro en un alto horno.
- El humo de sílice puede ser un material obtenido mediante la reducción de cuarzo de calidad muy pura mediante el carbón en hornos de arco eléctrico utilizados para la producción de silicio y aleaciones de ferrosilicio. El humo de sílice está generalmente formado por partículas esféricas que comprenden por lo menos el 85% en masa de sílice amorfa.
- Los materiales puzolánicos pueden ser materiales naturales síliceos y/o sílico-aluminosos o una combinación de los mismos. Entre los materiales puzolánicos, pueden mencionarse los materiales puzolánicos naturales, que son generalmente materiales de origen volcánico o rocas sedimentarias, y materiales puzolánicos calcinados naturales, que son materiales de origen volcánico, arcillas, lutita o rocas sedimentarias térmicamente activadas.
- Según la invención, están contenidas semillas de cristalización de CSH en la lechada de cemento preparada en la etapa (i). Las semillas de cristalización de CSH comprenden partículas de silicato de calcio hidratado. Preferentemente, las semillas de cristalización de CSH están presentes en forma de una suspensión acuosa.
- Las semillas de cristalización de CSH están presentes en una cantidad del 0.5 - 7% en CSH seco en peso del cemento Portland seco, preferentemente del 0.5 al 5% en CSH seco en peso del cemento Portland seco, más preferentemente del 0.7 al 3% en CSH seco en peso del cemento Portland seco.
- Preferentemente las semillas de cristalización de CSH presentan un D90 de menos de 5 µm.
- Se ha encontrado que la adición de semillas de cristalización de CSH a la lechada de cemento presenta un efecto estabilizante sobre espumas minerales basadas en cemento Portland y por tanto permite la producción de espumas minerales de densidad ultrabaja, mediante lo cual el efecto estabilizante es independiente del tipo de cemento Portland utilizado. Por tanto, la invención permite una amplia elección de diversos tipos de cemento Portland.

Una ventaja adicional de la invención es que la utilización de semillas de cristalización de CSH permite fabricar una espuma estable a partir de cemento Portland sin necesidad de añadir partículas de caliza ultrafinas.

Además, se ha observado que el diámetro promedio de las burbujas de la lechada de cemento espumado disminuye cuando se utilizan semillas de cristalización de CSH en la lechada de cemento.

Aunque aún no se ha analizado completamente el mecanismo de acción exacto de las semillas de cristalización de CSH en el procedimiento de la invención, se entiende que la estabilidad mejorada de la espuma es el resultado de dos fenómenos que se producen en la espuma mineral:

- estabilización mejorada de la espuma mineral antes de que se endurezca la lechada de cemento mediante un efecto de estabilización de Pickering debido al pequeño tamaño de las semillas de cristalización de CSH;
- estabilización mejorada de la espuma mineral mediante la aceleración del endurecimiento de la lechada mediante las semillas de cristalización de CSH. De hecho, actualmente se utilizan semillas de cristalización de CSH principalmente en aplicaciones de hormigón por su efecto de aceleración, y la utilización de aceleradores resulta beneficiosa para la estabilidad de las espumas. De hecho, después de mezclar la lechada de cemento y la espuma, la espuma está en un estado plástico y debe poder soportar su propio peso hasta que se endurezca el cemento.

Se han llegado a conocer las semillas de cristalización de CSH como aditivos aceleradores en aplicaciones de cemento. En particular, la superficie de nanopartículas de silicato de calcio hidratado (CSH) añadidas a la lechada de cemento se utiliza para estimular el desarrollo de núcleos de silicato de calcio hidratado de manera eficiente.

Pueden adquirirse semillas de cristalización de CSH de BASF con el nombre de producto X-Seed®, pero como tal este producto no es adecuado para esta invención, porque contiene agentes desespumantes.

Las semillas de cristalización de CSH utilizadas en esta invención pueden producirse mediante diversos métodos, tales como a partir de las siguientes fuentes:

1. Un lote producido en laboratorio de semillas de CSH diluidas mediante precipitación de CSH a partir de nitrato de calcio y silicatos de sodio:

Se pesan en un reactor 200 ml de una disolución de silicato de sodio con un contenido en sólidos de silicato del 40%, 400 ml de agua y 2 g de un reductor de agua que no presenta ningún efecto desespumante. Después, se añaden 200 ml de una disolución al 50% de una sal de calcio, tal como un nitrato de calcio, al interior del reactor dentro del plazo de 30 segundos mientras se agita a 1200 rpm. Se observa una reacción instantánea y se obtienen semillas de CSH que están presentes en una disolución al 22%.

2. Pastas de cemento hidratado producidas en el laboratorio:

El equipo utilizado para la producción de un gel de cemento hidratado es un reactor de vidrio que presenta un contenido de aproximadamente 2 l, estando la tapa impermeable del mismo equipada con un agitador accionado eléctricamente. La pala de rotor del agitador es de tipo ancla que permite agitar en la parte inferior del reactor con el fin de prevenir la deposición de un sedimento.

Para la preparación de 1.5 l de un gel de cemento hidratado, se observa el siguiente procedimiento:

- introducción de 1.5 l de un superplastificante (tal como 20 g de Master Glenium ACE456 de BASF) apto para acelerar el procedimiento de hidratación,
- agitación controlada a 450 rpm,
- adición de 200 g de cemento (normalmente CEM I 52.5R de Port La Nouvelle de LafargeHolcim),
- agitación a 450 rpm durante 48 horas sin parar,
- después de 48 horas de agitación, recuperar la disolución obtenida y almacenar la misma en un recipiente adecuado cerrado de manera hermética (normalmente un recipiente de polipropileno de 2 litros),
- dejar reposar el recipiente durante varios días (mínimo de 3 días, preferentemente 7 días).

El gel de cemento hidratado está compuesto por agua libre, diversos productos de hidratación, entre ellos un gel de silicato de calcio hidratado (CSH), portlandita y anhídridos de cemento no hidratado. El gel de cemento hidratado se utiliza tal cual y constituye un contenido en sólidos del 15-20% en peso después de

la pérdida por calcinación a 60°C/72 horas.

3. Lodo de sedimentación obtenido a partir de morteros u hormigones frescos: se recoge lodo de sedimentación a partir de depósitos de sedimentación que se utilizan en instalaciones de tratamiento de aguas residuales de instalaciones de producción de hormigón. Por tanto, tal lodo puede originarse, por ejemplo, a partir de depósitos de sedimentación de plantas de hormigón premezclado, en los que se recoge agua de lavado a partir de camiones de transporte de hormigón. El lodo se recoge preferentemente por medio de una pala cargadora y preferentemente, a partir de la parte trasera de un segundo depósito, porque esto contendrá menos arena y partículas más finas.

El lodo húmedo se tamiza en agua a 200 μm y se recoge la fracción que presenta un tamaño de partícula de menos de 200 μm y se almacena en depósitos o cubos y se permite la sedimentación. Después de la sedimentación se retira el agua de superficie mediante succión. Se añade un dispersante (superplastificante) que no presenta efectos desespumantes al sedimento a una cantidad del 0.1% en peso (seco) de la masa seca total del sedimento, mientras se mezcla a alta velocidad (2000 rpm) en una mezcladora de Rayneri Turbotest. El producto final presenta un contenido en sólidos del 20-30% en peso y está compuesto principalmente por semillas de CSH.

La formulación de la invención supera el prejuicio técnico según el cual se necesita la utilización de diversos aditivos con el fin de garantizar la estabilidad de la espuma mineral.

En particular, la espuma mineral obtenida mediante la invención está sustancialmente libre de partículas finas, es decir, no se añaden partículas finas encima de la pequeña fracción de partículas más finas normalmente incluidas en el cemento Portland habitual. Se entiende que el término "partículas finas" comprende partículas cuyo diámetro medio D50 está por debajo de 2 μm . El diámetro D50 corresponde al percentil 50 de la distribución en volumen del tamaño de partícula, es decir que el 50% del volumen está formado por partículas que presentan un tamaño que está por debajo del diámetro D50 y el 50% que presentan un tamaño que está por encima del diámetro D50. El término "sustancialmente" significa menos del 1%, preferentemente menos del 5%, expresado en masa con respecto a la masa de cemento.

Cementos que son menos aptos o no son aptos para la realización de la invención son cementos de aluminato de calcio y sus mezclas. Los cementos de aluminato de calcio son cementos que comprenden generalmente una fase de mineral C4A3\$, CA, C12A7, C3A o C11A7CaF₂ o sus mezclas, tales como, por ejemplo, Ciment Fondu® (un aglutinante hidráulico basado en aluminato de calcio), cementos de alúmina, cementos de sulfoaluminato y cementos de aluminato de calcio según la norma europea NF EN 14647 de diciembre de 2006. Tales cementos se caracterizan por un contenido en alúmina (Al₂O₃) de $\geq 35\%$ en peso.

En la etapa (i), la lechada puede prepararse utilizando mezcladoras normalmente utilizadas para producir lechadas de cemento. Pueden ser una mezcladora para lechadas, una mezcladora de una planta de fabricación de cemento, una mezcladora descrita en la norma europea NF EN 196-1 de abril de 2006 - párrafo 4.4, o una batidora con un movimiento planetario.

Según un primer modo de funcionamiento, la lechada de cemento puede prepararse introduciendo en una mezcladora de agua, la disolución de semillas de cristalización de CSH y opcionalmente aditivos (tales como un reductor de agua). Después de eso, se añade el cemento Portland, y opcionalmente otros componentes pulverulentos, en la mezcladora. Después se mezcla la pasta que se obtiene de esta manera para obtener la lechada de cemento. Preferentemente, se mantiene la lechada de cemento con agitación, por ejemplo, por medio de una pala de desfloculación a una velocidad que puede ser de entre 1000 y 600 rpm, dependiendo del volumen de la lechada, durante todo el procedimiento de fabricación.

Según un segundo modo de funcionamiento, la lechada de cemento puede prepararse introduciendo una parte del agua, las semillas de cristalización de CSH y opcionalmente los aditivos (tales como un reductor de agua) en una mezcladora, y después el cemento y después de eso los componentes adicionales.

Según un tercer modo de funcionamiento, la lechada de cemento puede prepararse introduciendo en una mezcladora el cemento, y finalmente todos los demás componentes pulverulentos. El cemento y los componentes pulverulentos se mezclan con el fin de obtener una mezcla homogénea. Después se introducen agua, las semillas de cristalización de CSH y opcionalmente los aditivos (tales como un reductor de agua) en la mezcladora.

Según un cuarto modo de funcionamiento, la lechada de cemento se prepara de manera continua preparando por adelantado una mezcla que contiene agua, semillas de cristalización de CSH y opcionalmente aditivos (tales como un reductor de agua).

En la etapa (ii), la espuma acuosa puede producirse combinando agua y un agente espumante, después introduciendo un gas. Este gas es preferentemente aire. El agente espumante se utiliza preferentemente en una cantidad del 0.25 - 5.00% en peso, preferentemente del 0.75 - 2.50% en peso (masa seca) de la masa de agua.

La introducción de aire puede llevarse a cabo mediante agitación, mediante burbujeo o mediante inyección a presión. Preferentemente, la espuma acuosa puede producirse utilizando un espumador turbulento (lecho de perlas de vidrio, por ejemplo). Este tipo de espumador hace posible introducir aire a presión en una disolución acuosa que comprende un agente espumante.

La espuma acuosa puede generarse de manera continua en el procedimiento según la invención.

La espuma acuosa generada presenta burbujas de aire con un D50 que es menor que, o igual a, 400 μm , preferentemente comprendido entre 100 y 400 μm , más preferentemente comprendido entre 150 y 300 μm . Preferentemente, la espuma acuosa generada presenta burbujas de aire con un D50 que es de 250 μm .

El D50 de las burbujas se mide mediante retrodispersión. El aparato utilizado es el dispositivo Turbiscan® Online proporcionado por la empresa Formulaction. Las mediciones de la retrodispersión hacen posible estimar un D50 para las burbujas de una espuma acuosa, conociendo previamente la fracción de volumen de las burbujas y el índice de refracción de la disolución de agente espumante.

Preferentemente, el agente espumante es un derivado de proteína orgánico de origen animal (tal como, por ejemplo, el agente espumante denominado Propump26, un polvo de queratina hidrolizada, comercializado por la empresa Propump Engineering Ltd) o de origen vegetal. Los agentes espumantes también pueden ser un tensioactivo catiónico (por ejemplo, bromuro de cetiltrimetilamonio, CTAB), un tensioactivo iónico, un tensioactivo anfótero (por ejemplo, cocamidopropil-betaína, CAPB) o un tensioactivo no iónico o mezclas de los mismos.

En la etapa (ii), la lechada de cemento puede homogeneizarse con la espuma acuosa mediante cualquier medio para obtener una lechada de cemento espumado. Preferentemente, la etapa (ii) del procedimiento según la invención puede comprender la introducción de la lechada de cemento y la espuma acuosa en una mezcladora estática para obtener una lechada de cemento espumado.

Las mezcladoras estáticas adecuadas presentan preferentemente elementos en forma de una hélice para garantizar un mezclado radial completo y divisiones sucesivas del flujo para cada combinación de líquidos y gas. Las mezcladoras estáticas adecuadas según la invención presentan preferentemente elementos helicoidales que transmiten una velocidad radial al fluido, que se dirige de manera alternante hacia el lado de la mezcladora, después hacia su centro. Las combinaciones sucesivas de elementos que dirigen el flujo en el sentido de las agujas del reloj y en el sentido contrario a las agujas del reloj provocan un cambio de dirección y una división del flujo. Estas dos acciones combinadas aumentan la eficiencia del mezclado. Preferentemente, la mezcladora estática utilizada en el procedimiento según la invención es una mezcladora que funciona dividiendo el flujo continuo de lechada de cemento y de espuma acuosa. La homogeneidad de la mezcla se basa en el número de divisiones. Según el procedimiento de la invención, preferentemente se utilizan 16 elementos para garantizar una buena homogeneidad. Las mezcladoras estáticas adecuadas según el procedimiento de la invención son preferentemente las comercializadas con el nombre de marca de Kenics®.

Según una forma de realización más particular, la lechada de cemento se bombea a un flujo de volumen preciso, que es una función de la composición objetivo de lechada de cemento espumado. Después, se combina esta lechada de cemento con la espuma acuosa que ya está circulando en el circuito del procedimiento. De este modo se genera la lechada de cemento espumado según la invención. Se cuela esta lechada de cemento espumado y se deja endurecer.

Ventajosamente, el procedimiento de la invención no necesita ni una etapa de tratamiento en autoclave ni una etapa de tratamiento térmico (por ejemplo, a 60-80°C) con el fin de obtener una espuma de cemento según la invención.

La espuma mineral obtenida mediante el procedimiento de la invención puede prefabricarse. La espuma mineral también puede prepararse directamente en la obra instalando un sistema de espumación en la obra.

Preferentemente, la espuma mineral puede presentar una densidad de 20 a 300 kg/m^3 , más preferentemente desde 20 hasta 150 kg/m^3 , lo más preferentemente desde 30 hasta 80 kg/m^3 . Debe observarse que la densidad de la lechada de cemento espumado (densidad en húmedo) es diferente de la densidad de la espuma mineral (densidad del material endurecido).

La invención proporciona otra ventaja ya que la espuma mineral obtenida mediante el procedimiento según la invención presenta excelentes propiedades térmicas, y en particular una conductividad térmica muy baja. La conductividad térmica (también denominada lambda (λ)) es un valor físico que caracteriza el comportamiento de materiales durante la transferencia de calor mediante conducción. La conductividad térmica representa la cantidad de calor transferido por unidad de superficie y por unidad de tiempo sometido a un gradiente de temperatura. En el sistema internacional de unidades, la conductividad térmica se expresa en vatios por metro Kelvin ($\text{W/m}\cdot\text{K}$). Los hormigones típicos o convencionales presentan valores de conductividad térmica medidos a 23°C y a una humedad relativa del 50% de 1.3 a 2.1. La conductividad térmica de la espuma mineral según la invención puede ser de

desde 0.030 hasta 0.150 W/m·K, preferentemente desde 0.030 hasta 0.060 W/m·K, más preferentemente desde 0.030 hasta 0.055 W/m·K, siendo el margen de error de ± 0.4 mW/m·K.

Preferentemente, la espuma mineral presenta una resistencia al fuego muy buena.

5 La espuma mineral puede ser un hormigón, que se cuela previamente en la obra, un hormigón premezclado o un hormigón producido en una planta de producción de elementos previamente colados. Preferentemente, la espuma mineral es un hormigón premezclado.

10 La espuma mineral puede utilizarse para colar paredes, techos y tejados durante una obra. También es posible realizar elementos prefabricados en una planta de prefabricación, tales como bloques o paneles.

Ventajosamente, la espuma mineral hace posible en determinados casos remplazar lana de vidrio, lana mineral o material aislante de poliestireno.

15 Ventajosamente, la espuma mineral puede utilizarse para llenar espacios vacíos o huecos en un edificio, una pared, una pared de división, un ladrillo, un suelo o un techo. En este caso, se utiliza como compuesto de relleno. Tales elementos de construcción compuestos también constituyen objetos de la invención en sí mismos.

20 Ventajosamente, la espuma mineral puede utilizarse como revestimiento de fachada para aislar un edificio frente al exterior. En este caso, la espuma mineral puede recubrirse mediante un compuesto de acabado.

25 La invención también se refiere a un sistema que comprende la espuma mineral obtenida mediante el procedimiento según la invención. La espuma mineral puede estar presente en el sistema, por ejemplo, como material aislante. El sistema es un sistema que puede resistir a las transferencias de aire y a las transferencias termohídricas, es decir que este elemento presenta una permeabilidad controlada frente a transferencias de aire o agua en forma de vapor o líquida.

30 El sistema, que resiste frente a transferencias de aire y frente a transferencias termohídricas en el campo de la construcción, comprende por lo menos un entramado. Este entramado puede ser secundario o primario. Este entramado puede ser de hormigón (montante o viga), metal (soporte o viga), madera, plásticos, material compuesto o un material sintético. Este entramado puede ser una estructura de metal, un montante o un raíl.

35 El sistema según la invención puede utilizarse para producir un revestimiento, un sistema de aislamiento o una pared de división, por ejemplo, una pared de división de separación, una pared de división de distribución o una división interna.

40 La espuma mineral obtenida mediante el procedimiento según la invención puede utilizarse para rellenar partes huecas de bloques de construcción, tales como ladrillos con cavidades. La espuma puede rellenarse en la cavidad en cualquier etapa de producción del bloque de construcción.

La espuma mineral puede colarse en vertical entre dos paredes, por ejemplo, entre dos paredes de hormigón, dos paredes de ladrillos, dos placas de yeso, dos paredes de madera, para obtener un sistema.

45 Ahora se describirá la invención mediante referencia a los siguientes ejemplos no limitativos.

Se utilizaron los siguientes métodos de medición:

Método de granulometría por láser

50 En esta memoria, incluyendo las reivindicaciones adjuntas, las distribuciones de tamaño de partícula y los tamaños de partícula son tal como se miden utilizando un granulómetro de láser del tipo Mastersize 2000 (año 2008, serie MAL1020429) comercializado por la empresa Malvern.

55 La medición se realiza en un medio apropiado (por ejemplo, un medio acuoso para partículas no reactivas o alcohol para material reactivo) con el fin de dispersar las partículas. El tamaño de partícula estará en el intervalo de 1 μm a 2 mm. La fuente de luz consiste en un láser de He-Ne rojo (632 nm) y un diodo azul (466 nm). El modelo óptico es el de Fraunhofer y la matriz de cálculo es la de tipo polidispersado. Se realiza una medición de ruido de fondo con una velocidad de bomba de 2000 rpm, una velocidad de agitador de 800 rpm y una medición de ruido durante 60 10 s, en ausencia de ultrasonidos. Se verifica que la intensidad luminosa del láser es por lo menos igual al 80% y que se obtiene una curva exponencial decreciente para el ruido de fondo. Si éste no es el caso, tienen que limpiarse las lentes de la célula.

65 Posteriormente, se realiza una primera medición en la muestra con los siguientes parámetros: velocidad de bomba de 2000 rpm y velocidad de agitador de 800 rpm. Se introduce la muestra con el fin de establecer un oscurecimiento de entre el 10 y el 20%. Después de la estabilización del oscurecimiento, se realiza la medición fijándose una

duración entre la inmersión y la medición a 10 s. La duración de la medición es de 30 s (30000 imágenes de difracción analizadas). En el granulograma obtenido debe tenerse en cuenta que una porción del polvo puede estar aglomerado.

Posteriormente, se realiza una segunda medición (sin vaciar el receptáculo) con ultrasonidos. La velocidad de bomba se ajusta a 2500 rpm, la velocidad de agitador se ajusta a 1000 rpm, los ultrasonidos se emiten al 100% (30 vatios). Estos ajustes se mantienen durante 3 minutos, después de eso se reanudan los ajustes iniciales: velocidad de bomba a 2000 rpm, velocidad de agitador a 800 rpm, sin ultrasonidos. Al final de 10 s (para que se despejen posibles burbujas de aire), se lleva a cabo una medición durante 30 s (30000 imágenes analizadas). Esta segunda medición corresponde a un polvo desaglomerado mediante una dispersión por ultrasonidos.

Se repite cada medición por lo menos dos veces para verificar la estabilidad del resultado.

Medición de la superficie de BLAINE específica

Se mide la superficie específica de los diversos materiales de la siguiente manera. Se utiliza el método de Blaine a una temperatura de 20°C con una humedad relativa que no supera el 65%, en el que se utiliza un aparato de Blaine Euromatest Sintco conforme a la norma europea EN 196-6.

Antes de la medición, se secan las muestras húmedas en una cámara de secado para obtener una masa constante a una temperatura de 50 - 150°C. Después se tritura el producto secado con el fin de obtener un polvo que presenta un tamaño de partícula máximo de menos de, o igual a, 80 µm.

Ejemplos

Se utilizó el método según la invención con el fin de producir espumas minerales B, C, E, F y H partiendo a partir de lechadas de cemento con las formulaciones de lechada II, III, IV, VI y VIII y a partir de espuma acuosa 1 y 2. También se han realizado ejemplos comparativos, concretamente las espumas minerales A, D y G partiendo a partir de las lechadas de cemento con las formulaciones de lechada I, IV y VII, con el fin de ilustrar los aspectos ventajosos de la invención.

Materiales utilizados:

Los cementos son cementos Portland que se originan de diferentes sitios de producciones de cemento de Lafarge, tal como se indica en la tabla 1. Estos cementos son cementos de tipo convencional. Las letras "R" y "N" corresponden a la definición dada en la norma europea NF EN 197-1, versión de abril de 2012.

El plastificante es una mezcla que comprende un policarboxilato-polióxido (PCP) de la empresa Chryso con el nombre de marca de Chrysolab EPB 530-017, que no comprende ningún agente antiespumante. El contenido en sólidos de Chrysolab EPB 530-017 es del 48% en peso.

Los agentes espumantes utilizados son las siguientes proteínas derivadas de origen animal:

- Propump 26 obtenido de la empresa Propump Engineering Ltd que presenta un contenido en sólidos del 26% en peso
- MAPEAIR L/LA obtenido de la empresa MAPEI, que presenta un contenido en sólidos del 26% en peso.

Las diferentes semillas de CSH utilizadas en los ejemplos se producen mediante los siguientes protocolos descritos anteriormente:

- Semilla de CSH (contenido en sólidos = 20.5%)
- Lodo (contenido en sólidos = 19.5%)
- Pasta hidratada (contenido en sólidos = 16.6%)

Agua: agua corriente.

Equipos utilizados:

La mezcladora de Rayneri:

- Una mezcladora Turbotest (MEXP-101, modelo: Turbotest 33/300, n.º de serie: 123861) suministrada por la empresa Rayneri, que es una mezcladora con un eje vertical.

Bombas:

- Una bomba que presenta un transportador de tornillo excéntrico Seepex™ del tipo MD 006-24, n.º de entrega 244920.
- Una bomba que presenta un transportador de tornillo excéntrico Seepex™ del tipo MD 006-24, n.º de entrega 278702.

Espumador.

- Un espumador que comprende un lecho de perlas de vidrio del tipo SB30 que presenta un diámetro de 0.8 - 1.4 mm llenado en un tubo que presenta una longitud de 100 mm y un diámetro de 12 mm.

Mezcladora estática:

- Una mezcladora estática compuesta por 32 elementos helicoidales del tipo Kenics que presenta un diámetro de 19 mm y denominada 16La632 en ISOJET.

En los siguientes ejemplos, se produjeron 8 espumas minerales. Cada lechada de cemento se denomina mediante los números I a VIII y cada espuma acuosa se denomina mediante el número 1 o 2. La espuma de cemento (espuma mineral) tal como se obtiene es una combinación de una de las lechadas de cemento con una de las espumas acuosas.

Preparación de lechada de cemento

Tabla 1

	Formulaciones de lechada							
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
Tipo de cemento	CEM I 52,5 N	CEM I 52,5 N	CEM I 52,5 N	CEM I 52,5 N	CEM I 52,5 N	CEM I 52,5 N	CEM I 52,5 N	CEM I 52,5 N
Planta de Lafarge	Le Havre	Le Havre	Le Havre	Saint Pierre La Cour	Saint Pierre La Cour	Saint Pierre La Cour	Val d'Azergues	Val d'Azergues
Agua/cemento (p/p)	0.29	0.29	0.29	0.29	0.29	0.29	0.29	0.29
X (% de Na ₂ O eq. soluble)	0.22	0.22	0.22	0.66	0.66	0.66	0.40	0.40
Cemento (% en peso seco)	77.45	76.86	76.85	77.40	74.52	76.81	77.44	76.83
Carbonato de Ca	-	-	-	-	-	-	-	-
Agua (% en peso)	22.46	19.24	18.36	22.35	6.03	19.18	22.36	19.21
Superplastificante (% en peso)	0.17	0.13	0.17	0.26	0.25	0.24	0.20	0.19
CSH (% en peso)	3.77	-	-	-	-	3.76	-	3.77
Lodo de sedimentación (% en peso)	-	-	-	-	19.2	-	-	-
Pasta hidratada (% en peso)	-	-	4.63	-	-	-	-	-
% de CSH/cemento		1.00	1.00		5.00	1.00		1.00

La composición química de las diversas lechadas de cemento utilizadas para llevar a cabo la invención se presenta en la tabla 1. Se prepararon las lechadas de cemento utilizando la mezcladora de Rayneri Turbotest 33/300, en la que se introdujeron en primer lugar los componentes líquidos (agua, superplastificante, semillas de cristalización de CSH). Mientras se mezclaba a 1000 rpm, se añadieron progresivamente los componentes sólidos (cemento y todos los componentes pulverulentos). Después se mezcló la lechada de cemento durante dos minutos adicionales.

Preparación de la espuma acuosa

Se introdujo una disolución acuosa que contenía el agente espumante en un receptáculo. La composición de esta disolución acuosa de agente espumante (en particular la concentración y la naturaleza del agente espumante) se

notifica en la tabla 2. Se bombeó la disolución acuosa del agente espumante por medio de una bomba volumétrica que presentaba un transportador de tornillo excéntrico Seed TM MD-006-24 (n.º de entrega: 278702).

- 5 Se introdujo esta disolución de agente espumante en el espumador a través del lecho de perlas por medio de aire a presión (1-6 bar) y una junta en T. Se produjo la espuma acuosa de manera continua a una velocidad tal como se indica en la tabla 2.

Tabla 2

	1	2
Agente espumante	Propump26	MapeAIR L/LA
Concentración (% de líquido/agua)	3.5	2.5
Concentración (% de material seco/agua)	0.91	0.65
Velocidad, aire (l/min)	8	8
Velocidad, disolución (l/min)	0.41	0.41

10

Preparación de una lechada de cemento espumado

15

Se vertieron las lechadas de cemento tal como se obtuvieron anteriormente en el receptáculo de mezclado mientras se mezclaba (400 rpm). Se bombeó la lechada de cemento por medio de una bomba volumétrica que presentaba un transportador de tornillo excéntrico Seepex™ MD 006-24 (n.º de entrega: 244920) a una velocidad de 0.25 l/min.

20

Se pusieron la lechada bombeada y la espuma acuosa, preparada de manera continua, en contacto entre sí en una mezcladora estática y se obtuvo una lechada de cemento espumado.

Preparación de una espuma mineral

25

Se vertió la lechada de cemento espumado en cubos de poliestireno que presentaban una dimensión de 10x10x10 cm y en columnas cilíndricas que presentaban una altura de 2.50 m y un diámetro de 20 cm. Se realizaron tres cubos para cada lechada de cemento espumado. Se desmoldearon los cubos después de 1 día y se almacenaron 7 días a una humedad relativa del 100% y una temperatura de 20°C. Después se secaron los cubos a una temperatura de 45°C hasta que se obtuvo una masa constante. Se realizó una columna para determinadas lechadas de cemento espumado. Se desmoldearon las columnas después de 3 a 7 días y después se cortaron en secciones que presentaban una longitud de 25 cm. Se secaron las secciones hasta que se obtuvo una masa constante.

30

Análisis de las espumas minerales

35

Se midió la estabilidad de las espumas mediante inspección visual de los cubos antes del desmoldeo. Se describió una espuma como "estable" si el cubo mantenía su altura de 10 cm después de endurecerse. Se describió una espuma como "inestable" si el cubo se colapsaba durante su endurecimiento. Cada ensayo se llevó a cabo con 3 cubos de 10x10x10 cm. Los resultados muestran unas prestaciones similares entre los 3 cubos. En función de la situación, los resultados son el valor medio de 3 cubos.

40

Se consideró que una columna era estable si la densidad entre la sección inferior y la sección superior no difiere en más de 5 kg/m.

Conductividad térmica de las espumas minerales

45

Se midió la conductividad térmica por medio de un aparato para medir la conductividad térmica: medidor de CT suministrado por la empresa Alphis-ERE (resistencia de 5 Ω, hilo de sensor de 50 mm). Se llevaron a cabo las mediciones con muestras secas a una temperatura de 45°C hasta que se obtuvo una masa constante. Después se corta la muestra en dos fragmentos iguales por medio de una sierra. Se colocó el sensor de medición entre las dos superficies de las mitades de muestra (en el lado del corte con sierra). Se transfirió el calor desde la fuente hasta el elemento termoelemento a través del material que rodea al sensor; se midió el aumento de temperatura del termoelemento en función del tiempo, lo cual permitió calcular la conductividad térmica de la muestra.

50

Densidad de las espumas minerales

55

Se midió la densidad en húmedo de la lechada de cemento pesando los cubos en el momento de la colada.

Se midió la densidad en seco de las muestras con muestras secadas a una temperatura de 45°C hasta que se obtuvo una masa constante, mientras se prensaban los cubos.

Los resultados

Los resultados se presentan en la tabla 3.

5

Tabla 3

Espuma mineral	A	B	C	D	E	F	G	H
Espuma acuosa	2	2	2	2	2	2	1	1
Formulación de lechada	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
Densidad de espuma mineral, en húmedo (g/l)	110	114	113	106	113	109	110	110
Densidad de espuma mineral, en seco (g/l)	72	73	69	nm	65	64	-	68
Estabilidad (cubo)	Estable	Estable	Estable	inestable	Estable	Estable	inestable	Estable
Tamaño de burbujas (mm)	>2	1<x<2	1<x<2	-	1<x<3	1<x<2	-	1<x<2
Estabilidad (columna 16*32)	nm	Estable	nm	-	nm	Estable	-	nm
Lambda (W/k.m)	0.043	nm	0.041	-	nm	nm	-	nm

nm ... no medido

10

“inestable” significa que la espuma se colapsó.

Los resultados muestran que todas las espumas preparadas a partir de lechadas de cemento que contienen semillas de cristalización de CSH (II, III, V, VI y VIII) son estables.

15

Además, estas espumas estables presentan un diámetro promedio reducido de sus burbujas de aire, lo cual se sabe que está asociado con una estabilidad aumentada de la espuma.

Además, comparando las espumas D y E y las espumas G y H, preparadas a partir de lechadas en las que la única variable es la presencia de semillas de CSH, se muestra su papel en la generación de una espuma mineral estable.

20

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de una espuma mineral que comprende las etapas siguientes:
 - 5 (i) preparar por separado una lechada de cemento y una espuma acuosa, comprendiendo la lechada de cemento agua (W) y cemento Portland (C) así como semillas de cristalización de CSH;
 - (ii) poner en contacto la lechada de cemento con la espuma acuosa para obtener una lechada de cemento espumado;
 - 10 (iii) colar la lechada de cemento espumado y dejarla endurecer, estando la espuma mineral sustancialmente libre de partículas con un diámetro medio D50 de $< 2 \mu\text{m}$, comprendiendo las semillas de cristalización de CSH unas partículas de silicato de calcio hidratado y estando las semillas de cristalización de CSH presentes en una cantidad del 0.5 al 7% en silicato de calcio hidratado seco en peso de cemento Portland, preferentemente del 0.5 al 5% en silicato de calcio hidratado seco en peso de cemento Portland, más preferentemente del 0.7 al 3% en silicato de calcio hidratado seco en peso de cemento Portland.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que las semillas de cristalización de CSH están presentes en forma de una suspensión acuosa.
- 20 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el D50 de las burbujas de la espuma acuosa preparada en la etapa (i) es menor que o igual a $400 \mu\text{m}$.
4. Procedimiento según la reivindicación 1, 2 o 3, caracterizado por que la etapa (ii) comprende la introducción de la lechada de cemento y la espuma acuosa en una mezcladora estática para obtener una lechada de cemento espumado.
- 25 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que se utiliza una relación de W/C (relación p/p) de 0.28 a 0.35 en la etapa (i).
- 30 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que el cemento Portland es un cemento del tipo CEM I, CEM II, CEM III, CEM IV o CEM V.
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que el cemento Portland presenta una superficie específica (Blaine) comprendida entre 3000 y 10000 cm^2/g , preferentemente entre 3500 y 6000 cm^2/g .
- 35 8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que la lechada de cemento comprende un reductor de agua, en particular un plastificante o superplastificante.
- 40 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que la lechada de cemento espumado comprende por lo menos un componente mineral suplementario, en particular un material cementoso suplementario, siendo el componente mineral seleccionado preferentemente de entre carbonato de calcio, sílice, vidrio triturado, perlas de vidrio macizas o huecas, gránulos de vidrio, polvos de vidrio expandido, aerogeles de sílice, humo de sílice, escorias de alto horno granuladas, arenas silíceas sedimentarias trituradas, ceniza volante o materiales puzolánicos o mezclas de los mismos.
- 45 10. Utilización de semillas de cristalización de CSH que comprenden unas partículas de silicato de calcio hidratado para mejorar la estabilidad mecánica y/o reducir el colapso de una lechada de cemento espumado, siendo dicha lechada de cemento espumado obtenida al
 - 50 (i) preparar por separado una lechada de cemento y una espuma acuosa, comprendiendo la lechada de cemento agua (W) y cemento Portland (C), así como unas semillas de cristalización de CSH;
 - 55 (ii) poner en contacto la lechada de cemento con la espuma acuosa para obtener una lechada de cemento espumado, caracterizada por que las semillas de cristalización de CSH están presentes en una cantidad del 0.5 al 7% en silicato de calcio hidratado seco en peso de cemento Portland, preferentemente del 0.5 al 5% en silicato de calcio hidratado seco en peso de cemento Portland, más preferentemente del 0.7 al 3% en silicato de calcio hidratado seco en peso de cemento Portland.