



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 299 562**

51 Int. Cl.:  
**C04B 28/14** (2006.01)  
**C04B 24/26** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **02719170 .9**  
86 Fecha de presentación : **07.03.2002**  
87 Número de publicación de la solicitud: **1377533**  
87 Fecha de publicación de la solicitud: **07.01.2004**

54 Título: **Uso de copolímeros ramificados en peine en composiciones de yeso que comprenden copolímeros ramificados en peine.**

30 Prioridad: **11.04.2001 US 832646**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.06.2008**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.06.2008**

73 Titular/es: **Lyondell Chemical Technology, L.P.**  
**Two Greenville Crossing**  
**4001 Kennett Pike, Suite 238**  
**Greenville, Delaware 19807, US**

72 Inventor/es: **Schwartz, Steven, A. y**  
**Dehyar, Mohamad, A.**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 299 562 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

Uso de copolímeros ramificados en peine en composiciones de yeso que comprenden copolímeros ramificados en peine.

## Antecedentes de la invención

## Campo de la invención

La presente invención se refiere de forma general a composiciones de yeso para preparar materiales que contienen yeso, tales como, “tableros para tabiques” y “tablaroca”, y también se refiere a mejores métodos para preparar composiciones de yeso.

## Antecedentes de la técnica

Uno de los materiales más comunes usados en la construcción de paredes y barreras es el tablero para tabiques de yeso, denominado a veces “tablaroca” o “panel de yeso”. Los tableros para tabiques se producen de manera convencional interponiendo un núcleo que contiene una mezcla acuosa de hemihidrato de sulfato de calcio entre dos hojas de papel de cubierta de tablero. También se conoce al hemihidrato de sulfato de calcio como estuco y yeso. A partir de ahora en este documento, el término “yeso”, a no ser que se mencione específicamente de otra manera, será entendido que incluye al hemihidrato de sulfato de calcio, yeso calcinado, estuco y yeso normal. Los tableros para tabiques típicamente se fabrican comercialmente mediante procesos que son capaces de funcionar en condiciones de altas velocidades continuas, en las que la mezcla acuosa de yeso y otros ingredientes del tablero para tabiques se depositan continuamente formando un núcleo entre dos hojas continuamente suministradas moviendo las hojas del papel de cubierta. Se conocen varios tipos de papel de cubierta adecuados en la técnica.

Después se permite a la mezcla de yeso que forma el núcleo entre las dos hojas de cubierta solidificar (reaccionar con el agua para formar el dihidrato de sulfato de calcio). El tablero continuamente producido entonces puede ser cortado en paneles de la longitud deseada (por ejemplo, de ocho pies; 2,48 cm). El tablero formado contiene un exceso de agua porque se requiere más agua para las propiedades de trabajo (para alcanzar el flujo deseado o consistencia) durante la preparación de la mezcla de yeso que es necesaria para la hidratación del yeso. Los tableros entonces se pasan a través de un horno de secado en el cual el agua en exceso es eliminada y el yeso es llevado hasta un estado final seco. Después de que el núcleo se ha solidificado y se ha secado, el sandwich se vuelve un tablero para tabiques de yeso fuerte, rígido e incombustible.

Otros métodos para la producción de tablero para tabiques de yeso son los descritos, por ejemplo, en la Enciclopedia Kirk-Othmer de Tecnología Química, vol. 21, páginas 621-24 (Segunda Edición 1970) y el vol. 4, páginas 618-19 (Cuarta Edición 1992), y la patente de EE.UU. N°. 5.879.446.

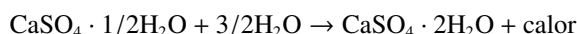
El yeso es fabricado comúnmente secando, moliendo y calcinando la roca natural de yeso. La etapa de secado de la fabricación de yeso incluye hacer pasar la roca a granel de yeso por un horno rotatorio para eliminar cualquier humedad libre acumulada en la roca procedente de la lluvia o la nieve, por ejemplo. La roca secada entonces es pasada por un molino de rodillo (un tipo de pulverizador), en el que la roca es molida hasta una fineza deseada. También se conocen el yeso seco molido como “yeso de tierra”.

La etapa de calcinación es realizada calentando la roca de yeso de tierra, y se expresa por la siguiente ecuación química:



Esta ecuación química muestra que el dihidrato de sulfato de calcio más calor proporciona yeso (hemihidrato de sulfato de calcio) más vapor de agua. Este procedimiento es llevado a cabo en un “calcinador”, de los que hay varios tipos conocidos en la técnica. Se conocen varios métodos para producir el yeso en la técnica.

El yeso es químicamente reactivo con el agua, y se “solidificará” más rápidamente cuando los dos se mezclen juntos. Esta reacción de solidificación es la inversa de la reacción química anteriormente descrita realizada durante la etapa de calcinación. La reacción procede de acuerdo con la ecuación siguiente:



En esta reacción, el yeso es rehidratado en su estado de dihidrato durante un período relativamente corto de tiempo. El tiempo real requerido para esta reacción de solidificación es generalmente dependiente del tipo de calcinador empleado y del tipo de roca de yeso que sea usada y puede ser controlado dentro de ciertos límites por el uso de aditivos tales como aceleradores y retardantes.

## ES 2 299 562 T3

En la reacción de hidratación, el hemihidrato de yeso es mezclado con agua hasta que sea formada una suspensión que sea fluida y manipulable. El hemihidrato de yeso se disuelve hasta que se forma una solución saturada. Esta solución saturada de hemihidrato es supersaturada en lo que concierne al dihidrato de yeso, y entonces éste se cristaliza a partir de la solución en sitios de nucleación adecuados. Finalmente, según el dihidrato de yeso precipita, la solución ya no está más saturada con el hemihidrato de yeso, de modo que el hemihidrato de yeso sigue disolviéndose. Así el procedimiento sigue consumiendo el hemihidrato de yeso. La reacción puede ser seguida midiendo el calor desarrollado. Al principio hay muy poca reacción y ninguna subida de la temperatura. Este tiempo se denomina período de inducción. Según aumenta la cantidad de dihidrato de yeso, aumenta el espesor de la masa y el material se endurece (se solidifica).

Para facilitar la reacción anterior y/o proporcionar propiedades beneficiosas al producto final, también pueden ser incluidos varios aditivos en la mezcla de yeso del núcleo. Por ejemplo, pueden ser incluidos almidón, aceleradores de la solidificación y/o retardantes de la solidificación, conservantes y fibra de vidrio.

Como se describe anteriormente, la reacción de solidificación para el yeso implica la reacción del hemihidrato de sulfato de calcio con agua para formar el dihidrato de sulfato de calcio. El contenido teórico (estequiométrico) de agua de la mezcla requerida para la reacción del hemihidrato de sulfato de calcio es de aproximadamente 18,7 por ciento en peso. Sin embargo, generalmente se requiere una gran cantidad de agua para proporcionar la fluidez suficiente de la mezcla de yeso calcinado para obtener el flujo apropiado de la mezcla de yeso en el procedimiento de fabricación. La cantidad de agua requerida para proporcionar la fluidez apropiada depende de varios factores, tales como el tipo de yeso, la distribución del tamaño de partículas, las diversas fases de yeso en el estuco, la fuente, y los niveles de aditivos anteriormente descritos usados de manera convencional en cantidades menores. Este nivel (cantidad) de agua puede ser expresado cuantitativamente como la "consistencia". La consistencia es definida como el volumen de agua requerido para producir una fluidez deseada (flujo) para 100 g de yeso.

El yeso del tipo alfa generalmente requiere una consistencia de aproximadamente 34 a aproximadamente 45 ml de agua por 100 gramos de yeso para formar una mezcla de yeso fácilmente vertible y fluidificable. El yeso de tipo beta, por otra parte, típicamente requiere una consistencia de aproximadamente 65 a aproximadamente 75 ml de agua por 100 gramos de yeso.

Ciertos aditivos/agentes "reductores de agua", "de fluidez" o "disminuidores de la consistencia" han sido usados para mejorar la fluidez de la mezcla de yeso descrita anteriormente permitiendo el uso de niveles menores de agua. La reducción el uso del agua proporciona menores gastos en la forma de menores demandas de agua y energía, dado que tendrá que ser eliminada menos agua durante la(s) etapa(s) de secado. La reducción del uso de agua también proporciona ventajas ambientales.

Se conocen comercialmente varios potenciadores de la fluidez, disminuidores de la consistencia y/o agentes reductores del agua, es decir, agentes de dispersión, en la técnica para diversas aplicaciones. Típicamente los agentes de dispersión usados en los procesos de fabricación de tableros para tabiques de yeso son el lignosulfonato de calcio, lignosulfonato de amonio, lignosulfonato de sodio y sulfonato de naftaleno. También se conoce el uso de productos de condensación de ácido naftaleno sulfónico y formaldehído. Véase también la patente de EE.UU. N°. 4.184.887. El lignosulfonato de calcio, lignosulfonato de amonio y lignosulfonato de sodio, según se piensa, proporcionan la capacidad de usar menores niveles de agua, pero retardan los tiempos de solidificación del yeso en la reacción de hidratación mencionada anteriormente. La solidificación puede ser referida en términos de tiempos de solidificación "iniciales" y "finales". El tiempo de solidificación inicial corresponde al tiempo en el cual la reacción de hidratación (la solidificación) comienza, mientras que el tiempo de solidificación final es el tiempo en que la reacción de hidratación es completada.

En consecuencia, sería ventajoso proporcionar un procedimiento de fabricación de tablero para tabiques de yeso que emplee el uso de un aditivo de disminución de la consistencia sin producir los efectos de retardo de solidificación deletéreos encontrados en la técnica anterior. Además, también sería deseable proporcionar un procedimiento de fabricación de tablero para tabiques de yeso que use un aditivo de disminución de la consistencia que mejore la solidificación de la composición de yeso.

### 55 Sumario de la invención

Ahora sorprendentemente ha sido descubierto que la consistencia de las composiciones de yeso puede ser disminuida incorporando en la composición de yeso una formulación dispersante que comprende un copolímero de acrílico/poliéter ramificado en peine.

Además ha sido descubierto sorprendentemente que las composiciones de yeso que tienen una formulación dispersante que comprende al copolímero de acrílico/poliéter ramificado en peine, sulfato de sodio e hidróxido de calcio tienen una consistencia baja y excelentes velocidades de solidificación iniciales.

El documento EP-A-0 725044 describe una composición acuosa autoniveladora para hacer una superficie de piso horizontal en un edificio, que comprende un material de base que es una mezcla de cemento y yeso anhidro natural tipo II, un dispersante acrílico, un espesador, un agente espumante, un acelerador de la solidificación, un inhibidor

## ES 2 299 562 T3

del encogimiento, un agregado y agua. La composición mantiene una alta fluidez durante mucho tiempo de modo que puede ser transportada del sitio de fabricación a un sitio de trabajo en un agitador sobre camión.

En consecuencia, la presente invención proporciona un tablero para tabiques que comprende: dos hojas de papel de tablero; y un núcleo de yeso entre las hojas del papel del tablero, siendo el núcleo de yeso el producto de solidificación de una composición de yeso que comprende; a) yeso; b) agua; y c) una formulación dispersante que comprende un polímero de acrílico/poliéster ramificado en peine.

### Descripción detallada de la(s) realización(ones) preferida(s)

Las composiciones de yeso preparadas conforme a la presente invención comprenden, como mínimo, yeso, agua, y una formulación dispersante que comprende un copolímero de acrílico/poliéster ramificado en peine.

El yeso está preferiblemente presente en las composiciones de yeso de la presente invención en una cantidad de aproximadamente 40 a aproximadamente 75 por ciento en peso, basado en el peso de la composición de yeso, y más preferiblemente de aproximadamente 50 a aproximadamente 68 por ciento en peso, y lo más preferiblemente de aproximadamente 55 a aproximadamente 65 por ciento en peso. Preferiblemente, se usa la forma beta-hemihidrato de yeso con la invención. Un yeso preferido está disponible en el National Gypsum Corporation Research Center en Búfalo, Nueva York.

El yeso puede ser producido por un método de calcinación en seco, tal como una calcinación en caldera, calcidyne®, holoflyte®, horno rotatorio, molino de martillo, o de caludis peter. El yeso seco tiene una superficie específica más alta que la producida por la calcinación en autoclave (calcinación de vapor). El yeso producido por métodos de calcinación en seco tiene una alta energía superficial, por eso es generalmente más reactivo que los producidos mediante calcinación en autoclave. A causa de la alta superficie específica, este yeso requiere de cuatro a cinco veces más agua para producir una mezcla fluida.

El sulfato de calcio (el yeso) es descrito en la Enciclopedia Kirk-Othmer de Tecnología Química, vol. 4, paginas 812-26 (Cuarta Edición 1992), y en las patentes de EE.UU. N<sup>os</sup>. 6.171.388 y 5.879.446.

El agua está preferiblemente presente en la composición de yeso de la presente invención en una cantidad de aproximadamente 25 a aproximadamente 60 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición de yeso, más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 32 a aproximadamente 50 por ciento en peso, y lo más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 35 a aproximadamente 45 por ciento en peso.

En una primera realización, la formulación dispersante comprende agua y un copolímero de acrílico/poliéster ramificado en peine. La composición de yeso de la presente invención preferiblemente comprende la formulación dispersante en una cantidad eficaz para disminuir la consistencia de la composición de yeso en relación con la consistencia de una composición similar de yeso que no contuviera la cantidad eficaz de la formulación dispersante.

En una segunda realización, la formulación dispersante comprende agua, un copolímero de acrílico/poliéster ramificado en peine, y al menos un acelerador de la solidificación inorgánico. Preferiblemente, dos o más aceleradores de la solidificación inorgánicos diferentes están presentes en la formulación dispersante de la segunda realización. Preferiblemente, el componente acelerador de la solidificación inorgánico comprende un sulfato de metal alcalino, un hidróxido de metal alcalino-térreo o sus combinaciones. Lo más preferiblemente, el componente acelerador de la solidificación inorgánico comprende tanto sulfato de sodio como hidróxido de calcio.

Preferiblemente, la formulación dispersante de la segunda realización está presente en la composición de yeso en una cantidad eficaz para disminuir la consistencia y el tiempo de solidificación de las composiciones de yeso en relación con la consistencia y el tiempo de solidificación inicial de composiciones de yeso que no contienen la cantidad eficaz de la formulación dispersante de la segunda realización. Con referencia al tiempo de solidificación en estos casos, los inventores más específicamente, se refieren al tiempo de solidificación inicial. Este período se refiere al endurecimiento de la mezcla de yeso durante la fabricación del tablero para tabiques de modo que el material del núcleo entre las dos hojas de la cubierta sea suficientemente frágil para la cuchilla (para el recorte) antes de la entrada en el horno para la solidificación y secado finales.

En las primera y segunda realizaciones, el copolímero está preferiblemente presente en la formulación dispersante en una cantidad de aproximadamente 0,001 a aproximadamente 1,0 por ciento en peso, basado en el peso total del yeso en la composición de yeso, más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 0,8 por ciento en peso, y lo más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,5 por ciento en peso.

En la segunda realización, el componente acelerador de la solidificación inorgánico está presente en una cantidad eficaz para disminuir el tiempo de solidificación inicial de la composición de yeso. Más preferiblemente, el componente acelerador de la solidificación inorgánico está presente en la formulación dispersante en una cantidad de aproximadamente 0,0001 a aproximadamente 7 por ciento en peso, basado en el peso total del yeso en la composición de yeso, más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 5 por ciento en peso, y lo más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 0,1 a 3 por ciento en peso.

## ES 2 299 562 T3

Cuando el componente acelerador de la solidificación inorgánico comprende sulfato de sodio, el sulfato de sodio está presente en la formulación dispersante en una cantidad de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 5 por ciento en peso, basado en el peso total del yeso en la composición de yeso, más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 3 por ciento en peso, y lo más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 2 por ciento en peso.

Cuando el componente acelerador de la solidificación inorgánico comprende hidróxido de calcio, el hidróxido de calcio está presente en la formulación dispersante en una cantidad de aproximadamente 0,0001 a aproximadamente 0,05 por ciento en peso, basado en el peso total del yeso en la composición de yeso, más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 0,001 a aproximadamente 0,02 por ciento en peso, y lo más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 0,001 a aproximadamente 0,01 por ciento en peso.

En una tercera realización, una parte del copolímero de acrílico/poliéter ramificado en peine en la formulación dispersante de las primera y segunda realizaciones puede ser sustituido por agentes de fluidez comercialmente conocidos, tales como lignosulfonato a base de calcio y sulfonato de naftaleno. En estos casos, de aproximadamente 30 a aproximadamente 80 por ciento en peso del copolímero, basado en el peso total del copolímero, puede ser sustituido por uno o varios de estos agentes de fluidez comercialmente conocidos, más preferiblemente de aproximadamente 35 a aproximadamente 75 por ciento en peso, y lo más preferiblemente de aproximadamente 40 a aproximadamente 60 por ciento en peso. La combinación del copolímero y los aditivos comercialmente conocidos en la formulación dispersante puede reducir la cantidad de copolímero necesario.

En cada una de las tres realizaciones, es preferido que el copolímero ramificado en peine sea totalmente o parcialmente neutralizado de modo que el pH de la formulación dispersante esté entre aproximadamente 2,0 y 14, más preferiblemente entre aproximadamente 3 y 12,5, aún más preferiblemente entre aproximadamente 7 y 12, y lo más preferiblemente entre aproximadamente 9 y 12. El pH del copolímero ramificado en peine puede ser neutralizado por la adición de cualquier base adecuada a la formulación dispersante. Los ejemplos de bases adecuadas incluyen, pero no están limitados con, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio (metal alcalino), hidróxido de calcio (metal alcalino-térreo), amoníaco, alquil-aminas tales como trietanolamina, dietanolamina, triisopropanolamina o similares (amonio o aminas orgánicas) siendo la base más preferida el hidróxido de sodio.

Las formulaciones dispersantes de las primera, segunda y tercera realizaciones son cada una preparadas mezclando los componentes a o aproximadamente a la temperatura ambiente usando un equipo de mezcla convencional. Un procedimiento preferido para preparar una formulación dispersante de la presente invención es como sigue: los niveles deseados del copolímero de acrílico/poliéter ramificado en peine (o la combinación del copolímero de acrílico/poliéter ramificado en peine y los agentes de fluidez comercialmente conocidos) son diluidos en agua. De ser deseado, entonces es alcanzada una neutralización completa o parcial por la adición de hidróxido de sodio hasta que el pH deseado sea alcanzado. Otro procedimiento preferido para preparar una formulación dispersante de la presente invención es como sigue: los niveles deseados del copolímero de acrílico/poliéter ramificado en peine (o la combinación del copolímero de acrílico/poliéter ramificado en peine y los agentes de fluidez comercialmente conocidos) son diluidos en agua. De ser deseado, entonces es alcanzada una neutralización completa o parcial por la adición de una solución acuosa 50% en peso de hidróxido de sodio hasta que el pH deseado sea alcanzado. Esto es seguido de la adición de sulfato de sodio e hidróxido de calcio. Debe ser apreciado que el sulfato de sodio y el hidróxido de calcio son sólo solubles en la formulación dispersante en las concentraciones deseadas en presencia del copolímero de acrílico/poliéter ramificado en peine que es el objeto de esta invención.

El copolímero de acrílico/poliéter ramificado en peine preferiblemente tiene un peso molecular de 400 gramos por mol a aproximadamente 500.000 gramos por mol, más preferiblemente entre aproximadamente 600 gramos por mol a aproximadamente 400.000 gramos por mol, y lo más preferiblemente entre aproximadamente 1.000 gramos por mol a aproximadamente 100.000 gramos por mol. El copolímero preferiblemente tiene una relación molar de unidades del monómero acrílico frente a las unidades del poliéter de aproximadamente 1/99 a aproximadamente 99/1, más preferiblemente de aproximadamente 1/1 a aproximadamente 20/1, y lo más preferiblemente de aproximadamente 4/1 a aproximadamente 20/1.

El copolímero ramificado en peine puede ser preparado por cualquier procedimiento adecuado para copolimerizar unidades acrílicas con unidades del poliéter. En un método preferido, el copolímero se forma haciendo reaccionar un polímero de poliéter o macromonómero con un polímero de poli(ácido acrílico) o monómero acrílico. El procedimiento puede ser continuo, discontinuo o semicontinuo. Después del procedimiento de copolimerización, cualquier monómero relativamente volátil no reaccionado generalmente es eliminado del producto.

Más preferiblemente, el copolímero ramificado en peine se prepara de acuerdo con un procedimiento seleccionado a partir del grupo que consiste en (i) copolimerizar un macromonómero de poliéter insaturado con al menos un comonómero etilénicamente insaturado seleccionado a partir del grupo que consiste en ácidos carboxílicos, sales de ácido carboxílico, ésteres de hidroxialquilo de ácidos carboxílicos, y anhídridos de ácido carboxílico, y (ii) hacer reaccionar un polímero de ácido carboxílico y (a) un poliéter preparado polimerizando un epóxido C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> o (b) una mezcla de poliéter que comprende (1) un poliéter monofuncional preparado polimerizando un primer epóxido seleccionado a partir del grupo que consiste en epóxidos C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> y sus mezclas en un iniciador monofuncional y (2) un poliéter difuncional preparado polimerizando un segundo epóxido seleccionado a partir del grupo que consiste en epóxidos C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> y sus mezclas, que puede ser el mismo o diferente al primer epóxido, en un iniciador difuncional en el que el

## ES 2 299 562 T3

polímero de ácido carboxílico y los poliéteres se hacen reaccionar en condiciones eficaces para alcanzar la división parcial del poliéter y la esterificación del poliéter y sus productos de división por el polímero de ácido carboxílico, y (iii) polimerizar un monómero ácido polimerizable que contiene al menos un grupo etilénicamente insaturado junto con un grupo carboxilo seleccionado a partir del grupo que consiste en grupos anhídrido carboxílico, ácido carboxílico y éster carboxílico en un medio de reacción que comprende un poliéter, en el que el poliéter se prepara polimerizando un epóxido C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>, para formar un polímero de ácido carboxílico; y hacer reaccionar el polímero de ácido carboxílico y el poliéter en condiciones eficaces para alcanzar la esterificación del poliéter por el polímero de ácido carboxílico para formar el copolímero ramificado de peine.

El macromonómero de poliéter preferido preferiblemente comprende óxido de etileno y óxido de propileno y tiene un peso molecular de aproximadamente 300 gramos por mol a aproximadamente 100.000 gramos por mol, más preferiblemente entre aproximadamente 500 gramos por mol a aproximadamente 75.000 gramos por mol, y lo más preferiblemente entre aproximadamente 1.000 gramos por mol a aproximadamente 10.000 gramos por mol. Todos los pesos moleculares están en pesos moleculares promedio en número a no ser que sea especificado de otra manera. Preferiblemente, la relación de óxido de propileno (PO) al óxido de etileno (EO) del polímero de poliéter o del macromonómero de poliéter está preferiblemente entre aproximadamente 99/1 y aproximadamente 1/99, más preferiblemente entre aproximadamente 80/20 y aproximadamente 1/99, y lo más preferiblemente entre aproximadamente 60/40 y aproximadamente 1/99 en peso.

Un procedimiento preferido para preparar el copolímero comprende: (a) formar una corriente de monómero, una corriente de iniciador, y una corriente de agente de transferencia de cadena opcional; (b) polimerizar las corrientes en una en una zona de reacción a una temperatura dentro del intervalo de aproximadamente -20°C a aproximadamente 150°C; y (c) retirar una corriente de polímero de la zona de reacción. Este procedimiento se describe más detalladamente en la solicitud de patente de EE.UU. N°. de serie 09/358.009 en tramitación con la presente presentada el 21 de julio de 1999.

La corriente de monómero contiene un monómero acrílico y un macromonómero de poliéter. Los monómeros acrílicos adecuados son derivados del ácido acrílico y ácido metacrílico. Los monómeros acrílicos preferidos incluyen ácido acrílico, ácido metacrílico, sus sales de amonio y metal alcalino, sus ésteres de alquilo de C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub> y arilo de C<sub>6</sub> a C<sub>12</sub>, y sus amidas. El ácido acrílico, ácido metacrílico, acrilato de amonio, metacrilato de amonio, acrilato de sodio, metacrilato de sodio, acrilato de potasio, y metacrilato de potasio son preferidos. Los más preferidos son el ácido acrílico y el ácido metacrílico.

Los macromonómeros de poliéter adecuados tienen una cadena de poliéter y un solo doble enlace carbono-carbono, que puede ser localizado en el extremo o dentro de la cadena de poliéter. Los ejemplos incluyen monoacrilatos de poliéter, monometacrilatos de poliéter, éteres monoalílicos de poliéter, monomaleatos de poliéter y monofumaratos de poliéter. Otros ejemplos incluyen el producto de reacción de un poliéter hidroxil-funcional con isocianatoalquil(met)acrilatos tales como isocianatoetilacrilato, y con isocianatos de arilo etilénicamente insaturados. El poliéter del macromonómero es un polímero de óxido de alquileno que tiene un peso molecular promedio en número dentro del intervalo de aproximadamente 500 a aproximadamente 10.000. Los óxidos de alquileno adecuados incluyen el óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, y similares, y sus mezclas. Los macromonómeros de poliéter preferiblemente tienen una funcionalidad de hidroxilo de 0 a 5. Pueden ser polímeros lineales o ramificados, homopolímeros o copolímeros, copolímeros aleatorios o de bloque, copolímeros dibloque o de múltiples bloques.

Los ejemplos de macromonómeros de poliéter son acrilatos o metacrilatos de poli(propilenglicol), acrilatos o metacrilatos de poli(etilenglicol), acrilatos o metacrilatos de metil-éter de poli(etilenglicol), acrilatos o metacrilatos de un copolímero de bloque o aleatorio de oxietileno y oxipropileno, éter alílico de poli(propilenglicol), éter alílico de poli(etilenglicol), monomaleato de poli(propilenglicol), y similares, y sus mezclas. Los macromonómeros de poliéter preferidos son acrilatos o metacrilatos de poli(propilenglicol), acrilatos o metacrilatos de poli(etilenglicol), acrilatos o metacrilatos de un copolímero de bloque y/o aleatorio de oxietileno y oxipropileno. Más preferidos son los acrilatos o metacrilatos de un copolímero de bloque y/o aleatorio de oxietileno y oxipropileno.

La relación del monómero acrílico al macromonómero de poliéter es determinada por muchos factores a discreción de la persona experta, incluyendo las propiedades físicas requeridas del copolímero ramificado en peine, la selección del monómero acrílico, y las propiedades del macromonómero de poliéter. La relación generalmente está dentro del intervalo de 1/99 a 99/1 en peso. El intervalo preferido es de 5/95 a 75/25.

En una realización, el macromonómero se prepara (a) oxialquilando una molécula iniciadora seleccionada a partir del grupo que consiste en acrilatos de hidroxialquilo, metacrilatos de hidroxialquilo, y ácidos monocarboxílicos monoinsaturados con un óxido de alquileno en presencia de una cantidad eficaz de un catalizador complejo de cianuro metálico doble en condiciones eficaces para formar un macromonómero insaturado bien definido que tiene una funcionalidad hidroxil terminal y no más de sustancialmente una molécula iniciadora por molécula de macromonómero insaturada. Este método se describe detalladamente sustancial en la patente de EE.UU. N°. 6.034.208. También, el macromonómero descrito en la patente de EE.UU. N°. 6.034.208 además de reaccionar de la manera descrita en el procedimiento continuo preferido descrito en este documento, puede hacerse reaccionar con un comonómero de la manera descrita en la patente de EE.UU. N°. 6.034.208.

## ES 2 299 562 T3

Opcionalmente, la corriente de monómero contiene un tercer monómero. El tercer monómero preferiblemente se selecciona a partir de aromáticos vinilos, haluros de vinilo, éteres de vinilo, ésteres de vinilo, pirrolidinonas de vinilo, dienos conjugados, ácidos sulfónicos insaturados, ácidos fosfónicos insaturados, y similares, y sus mezclas. La cantidad del tercer monómero usado depende de las propiedades físicas requeridas del producto de copolímero ramificado en peine, pero es preferiblemente menos del 50% en peso de la cantidad total de monómeros.

Opcionalmente, la corriente de monómero también incluye un disolvente. El disolvente es usado para disolver el monómero, ayudar a la transferencia de calor de la polimerización, o reducir la viscosidad del producto final. El disolvente preferiblemente se selecciona a partir de agua, alcoholes, éteres, ésteres, cetonas, hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos, haluros y similares, y sus mezclas. Las selecciones del tipo de disolvente y cantidad son determinadas por las condiciones de polimerización incluyendo la temperatura de reacción. El agua y los alcoholes, tales como metanol, etanol e isopropanol son los preferidos.

La corriente del iniciador contiene a un iniciador de radiales libres. El iniciador preferiblemente se selecciona a partir de persulfatos, peróxido de hidrógeno, peróxidos orgánicos e hidroperóxidos, azocompuestos, e iniciadores redox tales como el peróxido de hidrógeno más el ión ferroso. Los persulfatos, tales como el amonio y el persulfato de potasio, son los preferidos.

Opcionalmente, la corriente del iniciador contiene un disolvente. El disolvente es usado para disolver o diluir al iniciador, para controlar la velocidad de polimerización, o para ayudar a la transferencia de calor o masa de la polimerización. Las selecciones del tipo del disolvente y la cantidad son determinadas por la naturaleza del iniciador y las condiciones de polimerización. El agua y los alcoholes tales como metanol, etanol e isopropanol son preferidos cuando el persulfato es usado como iniciador.

Las corrientes de monómero e iniciador opcionalmente incluyen un agente de transferencia de cadena. Los agentes de transferencia de cadena adecuados incluyen alquilyoduros y bromuros, alcoholes inferiores ramificados tales como isopropanol, alquil-aminas, sulfuros de alquilo, disulfuros de alquilo, tetrahaluros de carbono, éteres alifáticos y mercaptanos. Los mercaptanos, tales como el dodecil-mercaptano, butilmercaptano, ácidos mercaptoacético y mercaptopropiónico, son los preferidos.

En algunas condiciones, es preferido añadir el agente de transferencia de cadena en una corriente separada. Esto es particularmente deseable cuando el agente de transferencia de cadena causa la descomposición del iniciador o la polimerización del monómero una vez que es mezclado con aquellos componentes. Esto es particularmente importante en una escala grande y comercial porque estas reacciones pueden causar problemas de seguridad.

Opcionalmente, la corriente del agente de transferencia de cadena contiene un disolvente que es usado para disolver o diluir el agente de transferencia de cadena. Los disolventes adecuados incluyen agua, alcoholes, éteres, ésteres, cetonas, hidrocarburos alifáticos y aromáticos, haluros y similares y sus mezclas. Las selecciones del tipo de disolvente y la cantidad son determinadas por la naturaleza del agente de transferencia de cadena y las condiciones de polimerización. El agua y los alcoholes, tales como metanol, etanol e isopropanol, son los preferidos.

La corriente de monómero, la corriente de iniciador y la corriente del agente de transferencia de cadena opcional se polimerizan en una zona de reacción. La temperatura de reacción preferiblemente es mantenida esencialmente constante durante la polimerización. La temperatura es determinada por una combinación de factores incluyendo el peso molecular deseado del producto de polímero ramificado en peine, el tipo de iniciador y la concentración, el tipo de monómero y la concentración, y el disolvente usado. La reacción se realiza a una temperatura dentro del intervalo de aproximadamente -20°C a aproximadamente 150°C, preferiblemente, dentro del intervalo de aproximadamente 20°C a aproximadamente 90°C. Lo más preferido es un intervalo de aproximadamente 40°C a aproximadamente 60°C.

La velocidad de adición de cada corriente depende de la concentración deseada de cada componente, el tamaño y la forma de la zona de reacción, la temperatura de reacción, y muchas otras consideraciones. En general, las corrientes fluyen en la zona de reacción a velocidades que mantienen la concentración de iniciador dentro del intervalo de aproximadamente 0,01% en peso a aproximadamente 1%, y la concentración del agente de transferencia de cadena dentro del intervalo de aproximadamente 0,1% en peso a aproximadamente 1,5%.

La zona de reacción es donde ocurre la polimerización. Ésta puede estar en forma de un reactor de tanque, un reactor tubular, o cualquier otro reactor formado deseablemente. La zona de reacción preferiblemente está equipada con un mezclador, un dispositivo de transferencia de calor, una fuente de gas inerte y cualquier otro equipo adecuado.

Según las corrientes son polimerizadas en la zona de reacción, una corriente de polímero es retirada. El caudal de la corriente de polímero es tal que la zona de reacción es equilibrada por la masa, lo que significa que la cantidad de material que fluye en la zona de reacción es igual a la suma del material retirado de la zona de reacción. La corriente de polímero entonces es recogida.

El copolímero ramificado en peine también puede ser preparado de acuerdo con un procedimiento de múltiples zonas. Un procedimiento de múltiples zonas es similar al procedimiento discutido anteriormente pero es usada más que una zona de reacción. En un procedimiento de zonas múltiples, una primera corriente de polímero es retirada de

## ES 2 299 562 T3

una primera zona de reacción y transferida a una segunda zona de reacción donde la polimerización sigue. Una segunda corriente de polímero es retirada de la segunda zona de reacción. Más de dos zonas de reacción pueden ser usadas de ser deseable. La temperatura de reacción en la segunda zona de reacción puede ser igual o diferente de la primera zona de reacción. Un procedimiento de múltiples zonas puede realzar la conversión del monómero y aumentar la eficacia del procedimiento. Por lo general, en la primera corriente de polímero, la conversión de monómero está dentro del intervalo de aproximadamente 65% en peso a 85%. La segunda zona de reacción preferiblemente lleva la conversión del monómero a 90% o más.

En un segundo procedimiento preferido, el copolímero ramificado en peine usado conforme a la presente invención puede prepararse haciendo reaccionar (a) un polímero de ácido carboxílico y (b) un macromonómero de poliéter preparado polimerizando un epóxido C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> o (c) una mezcla de poliéter que comprende (1) un poliéter monofuncional preparado polimerizando un primer epóxido seleccionado a partir del grupo que consiste en epóxidos C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> y sus mezclas en un iniciador monofuncional y (2) un poliéter difuncional preparado polimerizando un segundo epóxido seleccionado a partir del grupo que consiste en epóxidos C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> y sus mezclas, que puede ser igual o diferente al primer epóxido, en un iniciador difuncional en el que el polímero de ácido carboxílico y los poliéteres se hacen reaccionar en condiciones eficaces para alcanzar la división parcial del poliéter y la esterificación del poliéter y sus productos de división por el polímero de ácido carboxílico. Estos métodos son descritos con detalle sustancial en las patentes de EE.UU. N<sup>os</sup>. 5.614.017 y 5.670.578.

En el tercer procedimiento preferido, el copolímero ramificado en peine usado conforme a la presente invención puede prepararse polimerizando un monómero ácido polimerizable que contiene al menos un grupo etilénicamente insaturado junto con un grupo carboxilo seleccionado a partir del grupo que consiste en grupos ácido carboxílico, anhídrido carboxílico y éster carboxílico en un medio de reacción que comprende un poliéter, en el que el poliéter se prepara polimerizando un epóxido C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>, para formar un polímero de ácido carboxílico; y hacer reaccionar el polímero de ácido carboxílico y el poliéter en condiciones eficaces para alcanzar la esterificación del poliéter por el polímero de ácido carboxílico para formar el copolímero ramificado en peine. Este método está descrito con detalle sustancial en la patente de EE.UU. N<sup>o</sup>. 5.985.989.

Otros ingredientes secos pueden ser incluidos en la composición de yeso, incluyendo un acelerador que puede ser usado para controlar, dentro de ciertos límites, el índice de crecimiento del cristal y el tiempo de solidificación del estuco. Los ejemplos de aceleradores adecuados incluyen aceleradores de molino de bola ("BMA"), CaCl<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> y K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, aunque sean conocidos otros para los expertos en la técnica. Por lo general, son usados tanto el sulfato de potasio como los aceleradores de molino de bola.

Una mezcla acuosa o solución de pulpa de papel también pueden ser incluidas en la composición de yeso. La solución de pulpa comprende agua y fibras de papel ("pulpa de papel"), y también puede incluir almidón de grano y/o potasa.

Un retardante puede ser incluido opcionalmente en la solución del pulpa de papel y se usa junto con el acelerador anteriormente mencionado para adaptar el tiempo de solidificación de la composición de yeso. Típicamente, los retardantes que pueden ser usados incluyen citrato de sodio, fosfato de sodio y otros similares.

Las composiciones de yeso de la presente invención son preparadas usando un equipo de mezcla convencional a temperatura ambiente para mezclar los componentes. Generalmente, las composiciones de yeso se preparan mezclando rápidamente el yeso con una solución acuosa que contiene la formulación dispersante para formar una mezcla acuosa.

El tablero para tabiques puede ser preparado de acuerdo con cualquier método conocido mientras que la formulación dispersante se añade a la composición de yeso. Un procedimiento para fabricar la composición del núcleo y el tablero para tabiques de la invención incluye inicialmente premezclar los ingredientes secos en un aparato de mezcla. Los ingredientes secos preferiblemente incluyen yeso, un acelerador opcional, y un antidesecativo (por ejemplo, almidón), como se descrito más abajo en mayor detalle. Los ingredientes secos preferiblemente son mezclados junto con una parte "húmeda" (acuosa) de la composición principal en un mezclador de barra.

La parte húmeda puede incluir un primer componente (denominado "solución de pulpa de papel") que incluye una mezcla de agua, pulpa de papel y la formulación dispersante de la presente invención. El retardante de solidificación puede ser incluido. La solución de pulpa de papel proporciona una parte principal de agua que forma la mezcla de yeso de la composición principal. El agua suministrada en la parte húmeda de la composición debe incluir el agua suficiente para la reacción de solidificación del yeso, más una cantidad adicional para disminuir la consistencia de la mezcla durante el procedimiento de fabricación. Un segundo componente húmedo puede incluir una mezcla de espuma y otros aditivos convencionales, de ser deseados, espuma, almidón, tensioactivos y fibra de vidrio.

La solución de pulpa puede ser preparada combinando o mezclando los ingredientes anteriores con agua en un aparato de mezcla. De forma alternativa, puede ser producida una solución de pulpa concentrada que use sólo un pequeño volumen de agua. En este caso, el resto de los requerimientos de agua de mezcla del núcleo se disponen con una fuente separada de agua. Preferiblemente, la mezcla a alta cizalla "hace pulpa" el material, formando una solución homogénea o mezcla. La solución de pulpa puede ser transferida a un recipiente sostenedor, a partir de la cual puede ser añadido continuamente a la mezcla de la composición del núcleo. Las fibras de papel en la solución de pulpa sirven para realzar la flexibilidad del tablero para tabiques de yeso.

## ES 2 299 562 T3

La mezcla de composición de yeso del núcleo producida es depositada entre hojas de cubierta de papel para formar un sandwich. Se permite a la composición de yeso del núcleo curar o solidificar, mediante el cual el hemihidrato de sulfato de calcio (yeso) es convertido a dihidrato de sulfato de calcio. El producto entonces es secado preferiblemente exponiendo el producto a calentamiento, para eliminar el agua en exceso no consumida en la reacción que forma el dihidrato de sulfato de calcio.

La reacción de solidificación produce cristales de yeso, que son entreteljidos para contribuir a la resistencia al núcleo del tablero para tabiques. La interacción de-cristal-a-cristal es importante para la resistencia final del producto de tablero para tabiques de yeso. Los cristales de yeso también se entrelazan preferiblemente con fibras de papel que sobresalen de la superficie o cubren los papeles, uniendo así los papeles al núcleo. Esta unión o interacción también aumenta la fuerza del producto de tablero para tabiques.

El uso de la formulación dispersante de la presente invención reduce la cantidad de agua requerida para fabricar el tablero para tabiques. La alteración de la relación de-agua-a-yeso puede tener varios efectos sobre la composición del tablero para tabiques. Primero, una relación baja de-agua-a-yeso generalmente disminuirá la porosidad del producto de tablero final, ya que el agua presente en la mezcla generalmente aumentará la porosidad en el producto final. El uso menor de agua aumentará el efecto del crecimiento del cristal durante la solidificación porque los sitios de nucleación disponibles están concentrados en un volumen más pequeño de la mezcla. La interacción del crecimiento de cristales de yeso ocurre antes y es más eficaz, y por lo tanto según se cree, proporciona una mayor resistencia en los productos finales de la invención.

Además, en general, las propiedades de resistencia también son aumentadas usando menos agua para fluidizar la mezcla de yeso. El requerimiento de una menor sequedad también proporciona el potencial de aumentar la velocidad de la línea, proporcionando una gran ventaja comercial de la invención.

Los ejemplos siguientes simplemente ilustran la presente invención. Los expertos en la técnica reconocerán muchas variaciones que están dentro del espíritu de la presente invención y del alcance de las reivindicaciones.

### Ejemplo de referencia 1

#### *Preparación del copolímero ramificado en peine mediante un procedimiento continuo*

Un macromonómero de poliéter que es un acrilato de copolímero aleatorio de oxietileno/oxipropileno que tiene una relación de oxietileno/oxipropileno 50/50 en peso y un peso molecular promedio en número  $M_n$  de 2.000 (122,5 g, 0,0613 moles) que se prepara conforme al procedimiento descrito en la patente de EE.UU. N°. 6.034.208, ácido acrílico (17,6 g, 0,245 moles), ácido mercaptopropiónico (1,2 g) y persulfato de amonio (0,70 g) son cargados en un reactor de un litro. El reactor está equipado con un agitador, un regulador de temperaturas, un rollo calentador, un dispositivo de purga de nitrógeno, una bomba de adición de monómero, una bomba de adición de iniciador, y una salida de la muestra. El contenido del reactor se purga con  $N_2$  durante 20 minutos. El macromonómero de poliéter adicional (245 g, 0,123 moles), preparado de la misma manera descrita anteriormente, ácido acrílico (35,4 g, 0,492 moles), ácido mercaptopropiónico (2,6 g) y agua desionizada (agua DI) (145 g) entonces son mezclados. La mezcla es purgada con  $N_2$  durante 20 minutos y cargada en la bomba de monómero. Se disuelve persulfato de amonio (1,4 g) en agua DI (153 g). La solución se purga con  $N_2$  durante 20 minutos y luego se carga en la bomba del iniciador. El contenido del reactor es calentado a 40°C. La mezcla de monómero y la solución de iniciador son bombeadas continuamente en el reactor a velocidades de 1,0 gramos/minuto y 0,33 gramos/minutos, respectivamente. El producto es continuamente retirado a una velocidad del reactor de 1,33 gramos/minutos. Esto tiene un peso molecular promedio en número  $M_n$ : 23000, y una distribución de pesos moleculares de  $M_w/M_n$ : 1,30.

### Ejemplo de referencia 2

#### *Preparación del copolímero ramificado en peine mediante procedimiento continuo*

Un macromonómero de poliéter que es un acrilato de copolímero aleatorio de oxietileno/oxipropileno que tiene una relación de oxietileno/oxipropileno 75/25 en peso y un peso molecular promedio en número  $M_n$  de 4.000 (122,5 g, 0,0306 moles) hecho conforme al procedimiento descrito en la patente de EE.UU. N°. 6.034.208, ácido acrílico (17,6 g, 0,245 moles), ácido mercaptopropiónico (1,2 g) y persulfato de amonio (0,70 g) son cargados en un reactor de un litro. El reactor está equipado con un agitador, un regulador de temperaturas, un rollo calentador, un dispositivo de purga de nitrógeno, una bomba de adición de monómero, una bomba de adición de iniciador, y una salida de la muestra. El contenido del reactor se purga con  $N_2$  durante 20 minutos. El macromonómero de poliéter adicional (245 g, 0,061 moles), preparado de la misma manera descrita anteriormente, ácido acrílico (35,4 g, 0,492 moles), ácido mercaptopropiónico (2,6 g) y agua desionizada (agua DI) (145 g) son mezclados. La mezcla se purga con  $N_2$  durante 20 minutos y se carga en la bomba del monómero. Se disuelve persulfato de amonio (1,4 g) en agua DI (153 g). La solución se purga con  $N_2$  durante 20 minutos y luego se carga en la bomba del iniciador. El contenido del reactor se calienta a 40°C. La mezcla de monómero y la solución de iniciador son bombeadas continuamente en el reactor a velocidades de 1,0 gramos/minutos y 0,33 gramos/minutos, respectivamente. El producto es retirado continuamente a una velocidad de reactor de 1,33 gramos/minutos. Esto tiene un peso molecular promedio en número de  $M_n$ : 28000, y una distribución de pesos moleculares de  $M_w/M_n$ : 1,42.

## ES 2 299 562 T3

Después de la retirada del polímero, una solución del 50% (en agua) de hidróxido de sodio puede ser añadida al polímero hasta que sea alcanzado un pH objetivo en el intervalo de 9 y 12. Para este ejemplo particular, esto requeriría la adición de 7 a 28 g de una solución acuosa del 50% de hidróxido de sodio a 100 g de una solución de polímero (acuosa) activa del 50%.

### 5 Ejemplo de referencia 3

La consistencia de varias composiciones de yeso que contenían a varios dispersantes candidatos fue analizada.

10 Las composiciones de yeso fueron analizadas de la manera siguiente. La capacidad de dispersión de los dispersantes candidatos fue medida utilizando un ensayo de reducción del agua normalizado con la ASTM C472. El ensayo se usa para determinar la cantidad de agua que se requiere para producir una composición de yeso de una viscosidad específica. La viscosidad deseada refleja la fluidez necesaria para obtener el flujo apropiado de la mezcla de yeso en el procedimiento de fabricación. Se llama "consistencia" a esta cantidad y es definida como el volumen del agua requerida para producir la viscosidad deseada para 100 g de yeso calcinado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ).

$$\text{consistencia} = \text{ml H}_2\text{O}/100 \text{ g de yeso}$$

20 Fueron preparadas composiciones de yeso añadiendo rápidamente 50 g de yeso calcinado en una taza de poliestireno extensible de 8 onzas (226,8 g) que contiene agua sola o una solución acuosa que contiene al dispersante candidato disuelto. La composición de yeso fue agitado con cuidado con la mano durante 60 segundos usando una espátula de metal de 3/4 de pulgada (1,9 cm) para proporcionar una humedad uniforme del yeso calcinado. Esto inmediatamente fue seguido de una mezcla más fuerte, utilizando la misma espátula, durante 30 segundos a una velocidad de aproximadamente 160 paletadas/minuto. Entonces, la composición de yeso fue vertida inmediatamente de la taza con un movimiento continuo a una altura de 90 mm en una placa limpia, de vidrio. El diámetro de la torta circular resultante entonces fue medido. La viscosidad de la mezcla deseada para estos experimentos produjo una torta de ensayo que midió 90 mm de diámetro. La consistencia entonces fue calculada que era dos veces el volumen de agua necesitada para producir este diámetro de torta de ensayo.

30 El yeso ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$  tipo beta) usado para estas medidas fue obtenido del National Gypsum Corporation Research Center de Búfalo, Nueva York.

35 Los diversos dispersantes candidatos comprendieron el dispersante de copolímero de los Ejemplos 1 y 2 de la presente invención (correspondiente a la composición de yeso de la primera realización); el material a base de ligno-sulfonato de calcio (Lignosita CX, Georgia Pacific Corporation, Atlanta, GA); y el material de sulfonato de naftaleno (Diloflo GW, Geo Specialty Chemicals, Horsham, PA). Los últimos dos dispersantes candidatos son materiales disponibles en el comercio que se sabe que son útiles en la técnica como agentes de dispersión para el yeso. El copolímero del ejemplo 2 ha sido neutralizado a un pH de 11,8.

40 Estos análisis fueron llevados a cabo en diferentes porcentajes en peso de dispersantes candidatos basado en el peso de yeso en las composiciones de yeso. Se muestran los resultados en la Tabla 1.

45 TABLA 1

	Candidato dispersante	Lignosita CX	Diloflo GW	Copolímero del Ej. 1	Copolímero del Ej. 2
% en peso del candidato dispersante (en yeso)	Consistencia (ml H <sub>2</sub> O/100 g yeso)				
0, (No dispersante)		81	81	81	81
0,10		73	78	74	-
0,15		73	77	70	70
0,20		73	74	68	66
0,25		72	74	67	62
0,30		71	74	65	-
0,35		70	73	65	57

65 Como se muestra en la Tabla 1, las composiciones de yeso hechas con los copolímeros ramificados en peine de la presente invención en las formulaciones dispersantes muestran una mejor fluidez (una consistencia inferior) con una concentración de copolímero creciente que las formulaciones dispersantes que contienen a cualquiera de los agentes de dispersión disponibles en el comercio.

## ES 2 299 562 T3

### Ejemplo de referencia 4

La consistencia y los tiempos de solidificación iniciales de las composiciones de yeso que contenían el copolímero del Ejemplo 2 neutralizado a un pH de aproximadamente 11,8, solo (corresponde a la primera realización), y en combinación con sulfato de sodio y/o hidróxido de calcio (corresponde a la segunda realización) fueron analizados. La determinación del tiempo de solidificación inicial se normaliza con un procedimiento que se describe en la norma ASTM C266. El método implica la preparación de composiciones de yeso de una manera esencialmente similar al método antes descrito para determinar la consistencia en el Ejemplo 3. La única diferencia que hay, cuando sea aplicable, es que el sulfato y/o el hidróxido es(son) añadido(s) a la solución acuosa. Sin embargo, para analizar el tiempo de solidificación inicial, en vez de verter la composición de yeso de la taza para medir la consistencia, la taza permanece derecha en la mesa de laboratorio. Una masa de 300 g, una aguja de Vicat de 1 mm de diámetro es colocada después normal a la superficie expuesta, en la parte superior de la mezcla de yeso y se permite repetidamente caerse libremente con la fuerza de gravedad. El tiempo de solidificación inicial es definido como el tiempo en el que la aguja de Vicat deja de penetrar a la mezcla. Se muestran los resultados en la Tabla 2 más abajo.

TABLA 2

Composición de yeso	1	2	3	4	5
Ingrediente	% en peso en yeso				
Copolímero en peine del Ejemplo 2	0,34	0,34	0,35	0,35	0
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0	0	1,02	1,02	1,02
Ca(OH) <sub>2</sub>	0	0,014	0	0,007	0,007
Consistencia (ml H <sub>2</sub> O/100 g yeso)	57	57	59	58	90
Tiempo de solidificación inicial (segundos)	497	470	360	307	155
Estable	Sí	Sí	Sí	Sí	No

Como se muestra en la Tabla 2, la presencia combinada del copolímero ramificado en peine del Ejemplo 2 (que tiene un pH de 11,8) y los niveles adecuados de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y Ca(OH)<sub>2</sub> causan una formulación dispersante estable que juntos producen una consistencia baja y un bajo tiempo de solidificación inicial.

### Ejemplo de referencia 5

La consistencia y el tiempo de solidificación inicial de la composición de yeso que contiene el lignosulfonato de calcio y el copolímero del Ejemplo 2 con sulfato de sodio e hidróxido de calcio a diferentes pH fueron comparados. El experimento fue llevado a cabo de una manera similar a la manera con la que fue llevado a cabo el Ejemplo 4. El pH fue ajustado por la adición de NaOH como se describe en el Ejemplo 2. Se muestran los resultados en la Tabla 3 más abajo.

TABLA 3

Composición de yeso	6	7	8	9
Ingrediente	% en peso en yeso			
Lignosulfonato de calcio (Lignosita CX)	0	0	0	0,25
Copolímero en peine del Ejemplo 2	0,25	0,25	0,25	0
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,73	0,73	0	0
Ca(OH) <sub>2</sub>	0,005	0,005	0	0
pH	9,4	11,9	11,8	6,9
Consistencia (ml H <sub>2</sub> O/100 g yeso)	63	62	62	72
Tiempo de solidificación inicial (segundos)	360	306	400	315

Como puede ser visto a partir de la Tabla 3, la combinación apropiada del copolímero ramificado en peine, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Ca(OH)<sub>2</sub>, y NaOH causan tanto una consistencia baja como un bajo tiempo de solidificación inicial comparado con un agente de dispersión disponible en el comercio (lignosulfonato de calcio) que se sabe que es útil en la técnica para el yeso.

### Ejemplo de referencia 6

La consistencia de las composiciones de yeso de la tercera realización que contiene el aditivo comercialmente conocido, sulfonato de naftaleno y las mezclas de sulfonato de naftaleno y el copolímero del Ejemplo 1 fueron ana-

## ES 2 299 562 T3

lizados. Los experimentos fueron llevados a cabo de una manera similar a la manera en la cual fue llevado a cabo el Ejemplo 3. Se muestran los resultados en la Tabla 4 más abajo.

TABLA 4

Composición de yeso	10	11	12	13	14	15	16	17	18
% en peso de sulfonato de naftaleno (en yeso)	0,15	0,20	0,15	0,25	0,15	0,30	0,15	0,35	0,15
% en peso del copolímero del ejemplo 1 (en yeso)	-	-	0,05	-	0,10	-	0,15	-	0,20
% en peso de dispersante total (en yeso)	0,15	0,20	0,20	0,25	0,25	0,30	0,30	0,35	0,35
Consistencia (ml H <sub>2</sub> O/100 g yeso)	77	74	72	74	70	74	68	73	67

Ejemplo de referencia 7

El ejemplo 7 es similar al Ejemplo 6 pero el sulfonato de naftaleno fue sustituido por el lignosulfonato de calcio. El experimento fue llevado a cabo de una manera similar a la manera en la cual fue llevado a cabo el Ejemplo 3. Se muestran los resultados más abajo en la Tabla 5.

TABLA 5

Composición de yeso	19	20	21	22	23	24	25	26	27
% en peso de lignosulfonato de calcio (en yeso)	0,15	0,20	0,15	0,25	0,15	0,30	0,15	0,35	0,15
% en peso del copolímero del ejemplo 1 (en yeso)	-	-	0,05	-	0,10	-	0,15	-	0,20
% en peso de dispersante total (en yeso)	0,15	0,20	0,20	0,25	0,25	0,30	0,30	0,35	0,35
Consistencia (ml H <sub>2</sub> O/100 g yeso)	73	73	72	72	70	71	68	70	67

Los resultados de las Tablas 4 y 5 juntos muestran la ventaja inesperada de una consistencia baja mezclando en una formulación dispersante el copolímero ramificado en peine del Ejemplo 1 con cualquiera de los dos agentes de fluidez comúnmente usados en el yeso. La adición incremental en una cantidad mayor o igual a 0,05% en peso (basado en el yeso) del copolímero ramificado en peine del Ejemplo 1 a 0,15% en peso (basado en el yeso) de sulfonato de naftaleno conduce a las bajas consistencias que pueden ser alcanzadas por el sulfonato de naftaleno solo. Para el lignosulfonato de calcio, la adición incremental en una cantidad mayor que 0,10% en peso (basado en el yeso) del copolímero ramificado en peine del Ejemplo 1 a 0,15% en peso (basado en el yeso) de este agente de fluidez comúnmente usado conduce a las bajas consistencias que pueden ser logradas por el lignosulfonato de calcio solo.

# ES 2 299 562 T3

## REIVINDICACIONES

1. Una tablero para tabiques que comprende:

5

dos hojas de papel de tablero; y

un núcleo de yeso entre las hojas de papel del tablero, siendo el núcleo de yeso el producto de solidificación de una composición de yeso que comprende:

10

a) yeso;

b) agua; y

15

c) una formulación dispersante que comprende un polímero de acrílico/poliéter ramificado en peine.

2. El tablero para tabiques de la reivindicación 1, en el que la formulación dispersante está presente en una cantidad eficaz para disminuir la consistencia de la composición de yeso en relación con la consistencia de una composición similar de yeso que no contiene la cantidad eficaz de la formulación dispersante.

20

3. El tablero para tabiques de la reivindicación 1, en el que la formulación dispersante está presente en la composición de yeso en una cantidad eficaz para proporcionar un copolímero que está presente en la composición de yeso en una cantidad de 0,001 a 1,0 por ciento en peso, basado en el peso total de la composición de yeso.

25

4. El tablero para tabiques de la reivindicación 1, en el que la formulación dispersante comprende además al menos un acelerador de la solidificación inorgánico seleccionado a partir del grupo que consiste en sulfatos de metal alcalino, hidróxidos de metal alcalino-térreos y sus combinaciones.

30

5. El tablero para tabiques de la reivindicación 4, en el que la formulación dispersante está presente en una cantidad eficaz para disminuir la consistencia y el tiempo de solidificación inicial de la composición de yeso en relación con la consistencia y el tiempo de solidificación inicial de una composición de yeso similar que no contiene la cantidad eficaz de la formulación dispersante.

35

6. El tablero para tabiques de la reivindicación 4, en el que copolímero, el sulfato de sodio y el hidróxido de calcio están presentes en la composición de la formulación dispersante en un porcentaje en peso, basado en el peso total del yeso en la composición de yeso, en las cantidades siguientes:

copolímero                      entre 0,001 y 1,0% en peso;

40

sulfato de sodio                entre 0,01 y 5% en peso;

hidróxido de calcio            entre 0,0001 y 0,05% en peso.

45

50

55

60

65