

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 629 085**

51 Int. Cl.:

**C04B 28/14** (2006.01)

**C04B 24/38** (2006.01)

**C04B 24/42** (2006.01)

**C04B 111/27** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.02.2007 PCT/IB2007/001417**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.09.0007 WO07099455**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.02.2007 E 07734710 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.03.2017 EP 1996527**

54 Título: **Procedimiento para hidrofugar un producto basado en yeso formado a partir de una composición basada en yeso cocido**

30 Prioridad:

**28.02.2006 FR 0601761**

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

**07.08.2017**

73 Titular/es:

**BPB LIMITED (100.0%)  
Saint-Gobain House Binley Business Park  
Coventry CV3 2TT, GB**

72 Inventor/es:

**GEERAERT, EMMANUEL**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 629 085 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**

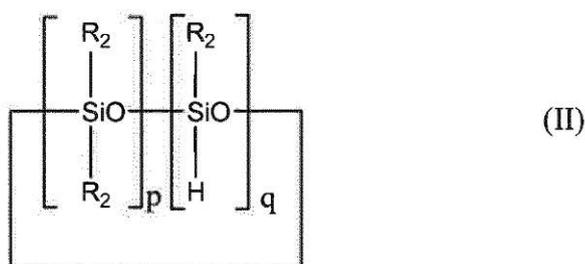
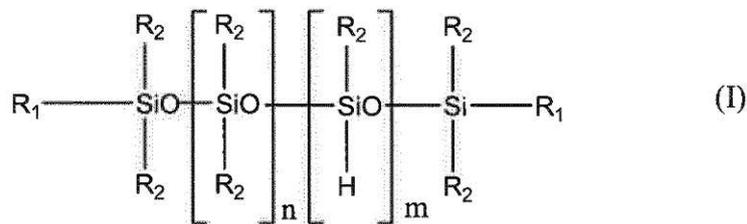
Procedimiento para hidrofugar un producto basado en yeso formado a partir de una composición basada en yeso cocido

**Campo de la invención**

- 5 La invención se refiere a un procedimiento para hidrofugar un producto basado en yeso formado a partir de una composición basada en yeso cocido, una composición hidrofugada basada en yeso cocido, así como al uso de dicha composición para la fabricación de objetos moldeados o extruidos, como baldosas de yeso cocido o placas de yeso cocido.
- 10 La materia prima, el yeso, ya sea de origen natural o sintético, es un sulfato de calcio dihidratado. Este yeso, en forma de polvo, sufre primero una cocción que lo deshidrata a sulfato de calcio hemihidratado o sulfato de calcio anhidro, o como mezcla de estas dos formas. Este producto deshidratado se llama yeso cocido. Al mezclar este yeso cocido con agua se obtiene una lechada que solidifica volviendo a formar yeso (sulfato de calcio dihidrato). Con el fin de obtener una lechada apta para ser colada para permitir la conformación del producto deseado, se usa un exceso de agua en la lechada. Durante el secado del producto, este agua en exceso se evapora lo que deja
- 15 microporos en el producto. Esta porosidad es responsable de que el producto absorba agua durante, por ejemplo, una inmersión. La reducción de esta absorción de agua del producto es el objeto de la presente invención.
- Llegado el caso, se pueden añadir a la lechada aditivos adecuados como los aceleradores, retardantes de fraguado, productos de reducción de carga, modificadores de la reología, cargas, fibras, otros aditivos funcionales como el almidón, aceite de silicona, cera o cualquier otro aditivo habitual en la técnica.
- 20 Siendo el yeso un producto poroso e hidrófilo, es susceptible de absorber agua cuando se encuentra en presencia de agua.
- La absorción de agua en los productos basados en yeso formados a partir de una composición basada en yeso cocido, se traduce, en particular, en una disminución de las resistencias mecánicas y una posibilidad de deformación de esos objetos bajo tensión.
- 25 De hecho, se busca disminuir la absorción de agua del yeso, con el fin de conferir a los productos basados en yeso, propiedades de estabilidad mecánica compatibles con su aplicación.
- El uso de organosiliconas para conferir propiedades de hidrofugado en masa a las composiciones basadas en yeso, se describe, por ejemplo, en las patentes EP 0171018 y US 5814411, donde el agente hidrofugante se introduce con la espuma.
- 30 Un procedimiento para hidrofugar yeso cocido por adición de un alquilhidrogenopolisiloxano y goma guar, se describe en la solicitud WO99/50200.
- La solicitud DE 10220659 describe composiciones basadas en yeso que comprenden siloxanos y derivados de almidón eterificados.
- 35 La solicitud DE 4128424 describe un procedimiento de fabricación de placas moldeadas hidrofugadas, basadas en yeso cocido poroso, en el que se pueden añadir alquilhidropolisiloxanos a corrientes parciales que contienen los aditivos habituales.
- Los alquilhidropolisiloxanos también se pueden añadir a una corriente parcial que contiene almidón gelatinizado, no estando indicado ningún contenido del compuesto de alquilhidropolisiloxanos con respecto al polvo de yeso cocido.
- 40 Ahora se ha encontrado que la adición de un compuesto que comprende un polisiloxano, y al menos un compuesto que comprende almidón pregelificado a una composición basada en yeso cocido, permite conferir al producto basado en yeso preparado a partir de esta composición, propiedades hidrófugas altas, es decir, reducir significativamente su absorción de agua en comparación con una formulación que no contiene almidón pregelificado.
- De forma sorprendente, se ha encontrado de hecho que la adición de almidón pregelificado permite disminuir significativamente la cantidad de silicona necesaria para obtener esta reducción de absorción de agua, mientras que
- 45 no es el caso si se usa almidón natural. En efecto, se ha constatado que durante la fabricación de una placa de yeso cocido, el almidón natural que se añade tradicionalmente en la lechada, que es un almidón natural parcialmente hidrolizado, no tiene una influencia importante en la reducción de la absorción de agua de la placa.
- Ventajosamente, se ha encontrado también que la adición de almidón pregelificado permite obtener resultados en términos de hidrofugado equivalentes a los obtenidos por adición de goma guar, incluso superiores, a la vez que
- 50 permite optimizar los costes de la producción.
- Por lo tanto, la invención tiene por objeto, según un primer aspecto, un procedimiento para hidrofugar un producto basado en yeso formado a partir de una composición basada en yeso cocido, caracterizado porque se añade a dicha

composición al menos un compuesto que comprende un polisiloxano y al menos un compuesto que comprende un almidón pregelificado, comprendiendo dicho compuesto un polisiloxano que está presente en la composición en una proporción de 0,01% a 1,5% en peso con respecto al polvo de yeso cocido.

5 Según un aspecto preferido, dicho polisiloxano se puede elegir, por ejemplo, entre los hidrogenopolisiloxanos lineales o cíclicos, de las siguientes fórmulas (I) o (II),



o sus mezclas,

en las que:

- R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub>, iguales o diferentes, representan independientemente

10 un radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, lineal o ramificado;

un radical alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; un radical cicloalquilo C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub>;

un radical arilo monocíclico, bicíclico o tricíclico C<sub>6</sub>-C<sub>14</sub>, no sustituido o sustituido con al menos un radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o un radical alqueno C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>;

15 un radical aralquilo monocíclico o bicíclico en el que el o los grupos arilo son C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> y el grupo alquilo es C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, no sustituido o sustituido con al menos un radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o un radical alqueno C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>;

un radical heteroarilo monocíclico o bicíclico C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub> que comprende al menos un heteroátomo seleccionado de O, N y S,

un radical alqueno C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>;

o un radical alquino C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>;

20 - n, m, p y q son números enteros comprendidos entre 0 y 200, con 1 < n+m < 200 y 3 < p+q < 10.

Preferiblemente, dicho polisiloxano tiene al menos un átomo de hidrógeno libre unido a un átomo de silicio, por molécula.

A continuación se indican ejemplos no limitantes de radicales y grupos mencionados antes en la definición de R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub>.

25 Por "radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, lineal o ramificado", se entiende, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, sec-butilo, terc-butilo, isobutilo, pentilo, hexilo, octilo.

Por "radical alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>", se entiende, por ejemplo, un grupo lineal o ramificado tal como metoxi, etoxi, propoxi, isopropoxi, n-butoxi, sec-butoxi, terc-butoxi o isobutoxi.

Por "radical cicloalquilo C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub>" se entiende, por ejemplo, un grupo ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo o ciclohexilo.

30 Por "radical arilo monocíclico, bicíclico o tricíclico, C<sub>6</sub>-C<sub>14</sub>", se entiende, por ejemplo, un grupo fenilo, bifenilo, naftilo o antraceno, estando dichos grupos sustituidos o no sustituidos.

Por "radical aralquilo monocíclico o bicíclico en el que el o los grupos arilo son C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> y el grupo alquilo es C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>", se entiende, por ejemplo, un grupo bencilo, feniletilo, fenilpropilo, trifenilmetilo o naftilmetilo, estando dichos grupos sustituidos o no sustituidos.

5 Por "radical heteroarilo monocíclico o bicíclico C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub> que comprende al menos un heteroátomo seleccionado de O, N y S", se entiende, por ejemplo, un grupo pirrolilo, furanilo, tienilo, piridilo, indolilo, benzopirrolilo, benzofuranilo, benzotiofenilo, benzotienilo, bencimidazolilo, benzopurinilo, quinoleilo, isoquinoleilo, imidazolilo, tiazolilo, tiadiazolilo, oxazolilo, oxadiazolilo, pirazinilo, pirimidilo, piridazinilo o purinilo.

Por "radical alqueno C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>" se entiende un radical hidrocarbonado que lleva uno o varios dobles enlaces, por ejemplo un grupo vinilo, alilo o crotonilo.

10 Por "radical alquino C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>" se entiende un radical hidrocarbonado que lleva uno o varios triples enlaces, por ejemplo un grupo etinilo, propargilo, butinilo, pentinilo o hexinilo.

Los polisiloxanos preferidos para los fines de la invención son, por ejemplo, el polimetilhidrogenosiloxano y polimetilvinilsiloxano.

15 Se usará preferiblemente el compuesto que comprende un polisiloxano en forma de un aceite o de una emulsión de aceite en agua.

Dicho compuesto que comprende un polisiloxano está presente en la composición en una proporción de 0,01% a 1,5% en peso con respecto al polvo de yeso cocido, en particular en una proporción de 0,05% a 0,25% en peso con respecto al polvo de yeso cocido.

20 El compuesto que comprende almidón pregelificado puede provenir, por ejemplo, de la pregelificación del almidón de maíz, almidón de trigo, almidón de patata, almidón de boniato, almidón de tapioca, almidón de mandioca, almidón de arroz, almidón de maíz ceroso o sus mezclas, o harinas que los contienen.

Por "almidón pregelificado", se entiende un almidón que se ha sometido a un tratamiento dirigido a hacerlo soluble o apto para ser dispersado en un líquido sin calentamiento.

25 Después de dicho tratamiento se obtiene un almidón llamado "pregelificado" o "pregelatinizado", pudiéndose usar los dos términos de forma indiferente en el sentido de la presente descripción.

El tratamiento de pregelificación se puede realizar calentando dicho compuesto por encima de la temperatura de gelificación del almidón, según técnicas conocidas.

Igualmente, el almidón se puede reticular con ayuda de un agente de reticulación o también bajo el efecto de radiación ionizante, según las técnicas habituales.

30 El compuesto que comprende un almidón pregelificado puede estar en forma de polvo o de solución en agua.

Preferiblemente, el compuesto que comprende un almidón pregelificado está presente en la composición en una proporción de 0,025% a 2% en peso con respecto al polvo de yeso cocido, en particular en una proporción de 0,10% a 1% con respecto al polvo de yeso cocido.

35 La composición de yeso cocido a la que se añaden el compuesto que comprende un polisiloxano y el compuesto que comprende un derivado de almidón pregelificado puede contener también al menos un aditivo usado habitualmente en la técnica, tal como, por ejemplo, un agente fluidificante o dispersante, un agente espumante, un agente retardante del fraguado, un agente acelerador del fraguado, un agente anticontracción a alta temperatura, un agente aglutinante, un almidón natural, un agente adhesivo, un inhibidor de la recalcinación, cera, un agente espesante, un agente antihundimiento, un agente autonivelador, un agente biocida, un agente de ajuste del pH, un colorante, un material de refuerzo, un agente retardante de llama o una carga.

Según un aspecto más, la invención se refiere igualmente a un procedimiento de hidrofugación como se ha definido antes, que comprende una etapa que consiste en preparar una mezcla basada en yeso cocido, agua, al menos un compuesto que comprende un polisiloxano y al menos un compuesto que comprende almidón pregelificado, siendo dichos compuestos como se han definido anteriormente.

45 La invención se refiere igualmente a una composición hidrofugada basada en yeso cocido, que comprende al menos un compuesto que comprende un polisiloxano y al menos un compuesto que comprende un almidón pregelificado tal como se han definido anteriormente.

El compuesto que comprende un polisiloxano está presente en la composición en una proporción de 0,01% a 1,5% en peso con respecto al polvo de yeso cocido.

50 Según un aspecto más, la invención se refiere igualmente al uso de dicha composición para la fabricación de un objeto moldeado o extruido, por ejemplo, para la fabricación de una baldosa de yeso cocido o una placa de yeso

cocido, así como a objetos moldeados o extruidos, por ejemplo, baldosas o placas que comprenden dicha composición.

En efecto, el procedimiento de hidrofugación y la composición hidrofugada según la invención permiten obtener productos basados en yeso, cuyas propiedades hidrófugas cumplen las normas vigentes.

5 A este respecto, se hace referencia a la norma NF EN 520 que define respectivamente las clases de absorción de agua H1, H2 y H3 para una absorción total de agua igual o inferior a 5% (clase H1), igual o inferior a 10% (clase H2), e igual o inferior a 25% (clase H3), después de 2 h de inmersión en agua.

10 En particular, el procedimiento de hidrofugación y la composición hidrofugada según la invención se pueden usar para la fabricación de placas llamadas de "absorción de agua reducida" de clase H1, H2 o H3 según la norma NF EN 520, o cualquier otro tipo de placa basada en yeso en la que se desea una reducción de la masa de agua o una reducción del agua superficial, tal como, por ejemplo, las placas reforzadas con fibras (por ejemplo, fibras sintéticas, fibras celulósicas, fibras de vidrio, fibras minerales) o por rejillas o velos, o por una combinación de estos diferentes elementos de refuerzo.

15 Se describen dichos tipos de placas, por ejemplo, en la pnormas Pr NF EN 15283-1 (placas de yeso cocido reforzadas con tejido de fibra) y Pr NF 15283-2 (placas de yeso cocido con fibras).

El siguiente ejemplo ilustra la invención de forma no limitante.

Ejemplo 1:

1) Preparación de placas

Se prepara una mezcla de polvos constituidos por (cantidades expresadas por 1 kg de yeso cocido):

- 20 - 1 kg de yeso cocido (basado en yeso natural)
- 4,25 kg de polvo de almidón pregelificado o de goma guar
- 4,7 g de almidón (Collofilm 121, Amylum, Tate & Lyle)
- 0,05 g de agente retardante del fraguado (PlastRetard, SICIT)

25 que se añade a una mezcla líquida compuesta de 740 g de agua, 2,9 g de agente fluidificante (Proxmat M115-40, Synthron) y aceite de silicona (H68, Rhodia, Francia) (véanse las cantidades en la tabla 1 a continuación).

Se mezcla con ayuda de un disco dispersor de 8 cm de diámetro a 1500-2500 rpm.

Se añaden 52 g de una espuma, preparada a partir de 2 g de agente espumante (Millifoam, Huntsman) en 200 ml de agua, durante la mezcla con ayuda de un disco dispersor de 8 cm de diámetro a 1000 rpm durante 1 a 1,5 min.

30 Se rellenan con esta mezcla moldes de silicona de 6 placas de dimensiones adecuadas. Al principio del fraguado se raspa la superficie de los moldes para eliminar el exceso de lechada. Después de completarse en endurecimiento se procede al desmoldeo.

Se obtienen así placas de yeso de dimensiones 150 x 75 x 12 mm, que se secan de forma acelerada en el horno de microondas durante aproximadamente 25 min hasta una humedad residual de aproximadamente 3%, y después se someten a un secado hasta peso constante en estufa a 40°C.

35 2) Medición de la absorción en agua

Las mediciones de la absorción en agua por inmersión se han realizado según la norma NF EN 520.

Brevemente, las placas se sumergen en agua (23 ± 2°C) durante 2 h ± 2 min y se determina el aumento de masa, en porcentaje.

Los resultados se dan en la siguiente tabla 1.

40 Tabla 1

	Silicona (g/kg de yeso cocido)	Almidón pregelificado (g/kg de yeso cocido)	Goma guar (g/kg de yeso cocido)	Absorción de agua (% en masa)
Formulación comparativa 1 solo silicona	4,4	-	-	4,9

ES 2 629 085 T3

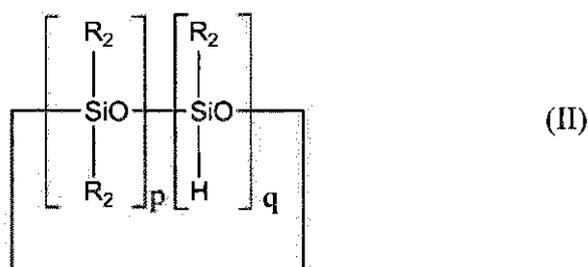
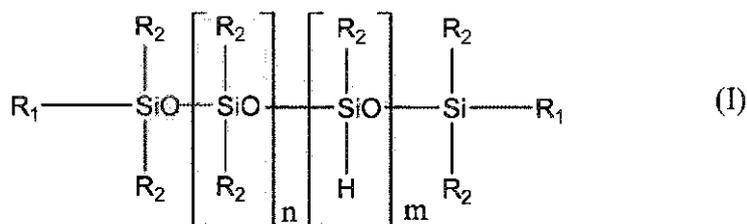
	Silicona (g/kg de yeso cocido)	Almidón pregelificado (g/kg de yeso cocido)	Goma guar (g/kg de yeso cocido)	Absorción de agua (% en masa)
Formulación 2 con almidón pregelificado (Solvitose H8, AVEBE)	1,7	4,25	-	1,5
Formulación 3 con almidón pregelificado (Paselli WA, AVEBE)	1,7	4,25	-	1,5
Formulación comparativa 4 con goma guar (Rhoximat 3407, RHODIA)	1,7	-	4,25	1,6

Los resultados muestran que las formulaciones 2 y 3 según la invención, que contienen silicona y almidón pregelificado, presentan una absorción de agua inferior a la obtenida con la formulación comparativa 1, que contiene solo silicona en una cantidad más importante.

5 Además, presentan una absorción de agua inferior a la formulación comparativa 4, que contiene la misma cantidad de silicona, pero contiene goma guar en lugar de almidón pregelificado.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para hidrofugar un producto basado en yeso formado a partir de una composición basada en yeso cocido, caracterizado porque se añade a dicha composición al menos un compuesto que comprende un polisiloxano y al menos un compuesto que comprende almidón pregelificado, comprendiendo dicho compuesto un polisiloxano que está presente en la composición en una proporción de 0,01% a 1,5% en peso con respecto al polvo de yeso cocido.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho polisiloxano se selecciona entre los hidrogenopolisiloxanos lineales o cíclicos, de fórmulas (I) o (II) a continuación,



- 10 o sus mezclas,  
en las que:
  - R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub>, iguales o diferentes, representan independientemente un radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, lineal o ramificado;
  - un radical alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>; un radical cicloalquilo C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub>;
  - 15 un radical arilo monocíclico, bicíclico o tricíclico C<sub>6</sub>-C<sub>14</sub>, no sustituido o sustituido con al menos un radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o un radical alquenilo C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>;
  - un radical aralquilo monocíclico o bicíclico en el que el o los grupos arilo son C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> y el grupo alquilo es C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, no sustituido o sustituido con al menos un radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o un radical alquenilo C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>;
  - 20 un radical heteroarilo monocíclico o bicíclico C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub> que comprende al menos un heteroátomo seleccionado de O, N y S,
  - un radical alquenilo C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>;
  - o un radical alquinilo C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>;
  - n, m, p y q son números enteros comprendidos entre 0 y 200, con 1 < n+m < 200 y 3 < p+q < 10.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque el compuesto que comprende un polisiloxano está en forma de un aceite o una emulsión de aceite en agua.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque dicho compuesto que comprende un polisiloxano está presente en la composición en una proporción de 0,05% a 0,25% en peso con respecto al polvo de yeso cocido.
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque dicho compuesto que comprende un almidón pregelificado proviene de la pregelificación de almidón de maíz, almidón de trigo, almidón de patata, almidón de boniato, almidón de tapioca, almidón de mandioca, almidón de arroz, almidón de maíz ceroso o sus mezclas, o harinas que los contienen.
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque dicho compuesto que



un radical alqueno  $C_2-C_{12}$ ;

o un radical alquino  $C_2-C_{12}$ ;

- n, m, p y q son números enteros comprendidos entre 0 y 200, con  $1 < n+m < 200$  y  $3 < p+q < 10$ ,

y al menos un compuesto que comprende un almidón pregelificado.

- 5 12. Composición según una de las reivindicaciones 10 u 11, caracterizada porque el compuesto que comprende un almidón pregelificado está presente en la composición en una proporción de 0,025% a 2% en peso con respecto al polvo de yeso cocido.
13. Uso de una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, para la fabricación de un objeto moldeado o extruido, una baldosa de yeso cocido o una placa de yeso cocido.
- 10 14. Objeto moldeado, baldosa o placa que comprende una composición hidrofugada basada en yeso cocido, en el que dicha composición comprende al menos un compuesto que comprende un polisiloxano y al menos un compuesto que comprende un almidón pregelificado tal como se define en una de las reivindicaciones 1 a 7.