

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 785 954**

51 Int. Cl.:

E04C 2/04 (2006.01)

F28D 20/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.08.2002 PCT/EP2002/08812**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.02.2003 WO03016650**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.08.2002 E 02772126 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.03.2020 EP 1421243**

54 Título: **Uso de microcápsulas en placas de yeso**

30 Prioridad:

16.08.2001 DE 10139171

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

08.10.2020

73 Titular/es:

**MICROTEK LABORATORIES, INC. (100.0%)
2400 East River Road
Dayton, OH 43439, US**

72 Inventor/es:

**JAHNS, EKKEHARD;
DENU, HANS-JÜRGEN;
PAKUSCH, JOACHIM;
SEIBERT, HORST y
SCHMIDT, MARCO**

74 Agente/Representante:

SÁNCHEZ SILVA, Jesús Eladio

ES 2 785 954 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 microcápsulas en placas de yeso

5 La presente invención se refiere al uso de microcápsulas con materiales de almacenamiento de calor latente como núcleo de cápsula en placa de yeso, la placa de yeso que las contiene y un método para su producción.

10 Un importante objetivo de la investigación para reducir el consumo de energía y usar la energía térmica existente es el almacenamiento de calor latente. Son usados en una variedad de formas, tales como medios de transferencia de calor en los sistemas de calefacción y enfriamiento o como almacenes de calor en materiales aislantes o materiales de construcción. Su modo de operación se basa en la entalpía de transformación que ocurre durante la fase de transición sólida/líquida, lo que significa la absorción de energía o la liberación de energía al medio ambiente. Por un lado, pueden usarse para mantener una temperatura constante en un intervalo de temperatura definido y, por otro, pueden mejorar el aislamiento térmico en una arreglo adecuado.

15 El documento DE-A 19 654 035 describe las microcápsulas como un medio de transferencia de calor en el que el medio de almacenamiento está rodeado por una pared de cápsula hecha de resina de melamina/formaldehído.

20 Se describen en el documento US-A-5 456 852 las microcápsulas de resina de melamina/formaldehído, pero con un medio de almacenamiento especial como núcleo. Sin embargo, estas cápsulas de resina de melamina/formaldehído tienen una estabilidad de hidrólisis insatisfactoria durante un tiempo prolongado en el medio de transporte, que generalmente es acuoso.

25 El documento US-A-4 747 240 enseña el uso de sustancias de almacenamiento macroencapsuladas con un tamaño de partícula superior a 1.000 μm cuya pared de la cápsula es una resina de alto punto de fusión en yeso. Sin embargo, las cápsulas de este tamaño requieren paredes muy gruesas para que no se destruyan cuando se mezclan con los materiales de construcción.

30 El documento EP-A-10 29 018 enseña el uso de microcápsulas con una pared de cápsula hecha de un polímero de éster de ácido metacrílico altamente reticulado y un núcleo de almacenamiento de calor latente en los materiales de construcción para unión. De esta forma, las microcápsulas pueden incorporarse en el revoque de yeso sin afectar sus propiedades.

35 Los revoques de yeso son un material de construcción importante. Normalmente son usados en trabajos de interior para revestir paredes y techos. También en esta área, se están haciendo esfuerzos para aumentar el aislamiento térmico y la capacidad de almacenamiento de calor. Tal sistema de gestión de energía se describe en el documento US 5,501,268, que recomienda la placa de yeso con materiales de almacenamiento de calor latente. Una mezcla de parafina se trabaja en la placa de yeso como almacenamiento de calor latente. No se dan más detalles sobre la forma de la adición.

40 El documento US 4,988,543 describe las posibilidades y los problemas de incorporar materiales de almacenamiento de calor latente en la placa de yeso. Se podrían disponer macrocápsulas entre las capas de papel de acabado en la pasta de yeso. Las macrocápsulas también se pueden aplicar a la parte posterior de la caja. Es concebible impregnar pequeñas perlas con materiales de almacenamiento de calor latente e incorporarlas en la pasta de yeso o mezclar los materiales de almacenamiento de calor latente directamente con la pasta de yeso. Finalmente, uno podría remojar toda la placa de yeso con materiales de almacenamiento de calor latente. El documento US 4,988,543 enseña que el uso de cápsulas o perlas reduce las fuerzas de unión intermedias de la placa. Los procesos en los que el yeso se mezcla directamente con los materiales de almacenamiento de calor latente son igualmente problemáticos, ya que aquí también hay problemas de adhesión con el papel. Como una solución, el documento US 4,998,543 propone rociar la placa de yeso por un lado con materiales de almacenamiento de calor latente.

50 Con la placa de yeso tratada con materiales de almacenamiento de calor latente sin encapsular, existe el riesgo de emisiones de petróleo al aire en grandes áreas. Además, los materiales de almacenamiento de calor latente comienzan a fluir lentamente en la placa de yeso y, a la larga, hay distribuciones irregulares, especialmente en la superficie, la denominada "sudoración", que también afectan negativamente la estabilidad de los revoques. Por lo tanto, la presente invención se basa en una forma de dosificación de materiales de almacenamiento de calor latente para la placa de yeso que no tiene las desventajas mencionadas anteriormente.

En consecuencia, se ha encontrado el uso de microcápsulas con materiales de almacenamiento de calor latente como núcleo de cápsula en la placa de yeso.

60 Las microcápsulas son partículas con un núcleo de cápsula que consiste predominantemente, en más del 95 % en peso, de los materiales de almacenamiento de calor latente y un polímero como la pared de la cápsula. El núcleo de cápsula es sólido o líquido, en dependencia de la temperatura. El tamaño promedio de la partícula de las cápsulas es de 0,5 a 100 μm , preferentemente de 1 a 80 μm , en particular de 1 a 50 μm .

65 Los materiales de almacenamiento de calor latente son generalmente sustancias lipofílicas que tienen su transición de fase sólida/líquida en el intervalo de temperatura desde -20 a 120 °C.

Ejemplos de sustancias adecuadas son:

- 5 – compuestos de hidrocarburos alifáticos tales como hidrocarburos C₁₀-C₄₀ saturados o insaturados, que son ramificados o preferentemente lineales, tales como n-tetradecano, n-pentadecano, n-hexadecano, n-heptadecano, n-octadecano, n-nonadecano, n-eicosano, n-heneicosano, n-docosano, n-tricosano, n-tetracosano, n-pentacosano, n-hexacosano, n-heptacosano, n-octacosano e hidrocarburos cíclicos tales como ciclohexano, ciclooctano, ciclodecano;
- 10 – compuestos de hidrocarburos aromáticos tales como benceno, naftaleno, bifenilo, o- o n-terfenilo, hidrocarburos aromáticos sustituidos con alquilo C₁-C₄₀ tales como dodecibenceno, tetradecibenceno, hexadecibenceno, hexilnaftaleno o decilnaftaleno;
- 15 – ácidos grasos C₆-C₃₀ saturados o insaturados tales como ácido láurico, esteárico, oleico o behénico, preferentemente mezclas eutécticas de ácido decanoico con, por ejemplo, ácido mirístico, palmítico o láurico;
- 20 – alcoholes grasos tales como alcohol laurílico, estearílico, oleílico, miristílico, cetílico, mezclas tales como alcohol graso de coco y los denominados alcoholes oxo obtenidos por hidroformilación de α -olefinas y otras reacciones;
- 20 – aminas grasas C₆-C₃₀, tales como decilamina, dodecilamina, tetradecilamina o hexadecilamina;
- ésteres tales como ésteres de alquilo C₁-C₁₀ de ácidos grasos tales como palmitato de propilo, estearato de metilo o palmitato de metilo y preferentemente sus mezclas eutécticas o cinamato de metilo;
- 25 – ceras naturales y sintéticas tales como ceras de ácido montánico, ceras de éster de montan, cera de carnauba, cera de polietileno, ceras oxidadas, cera de éter polivinílico, cera de etileno y acetato de etilvinilo o
- ceras duras de acuerdo con el proceso Fischer-Tropsch;
- 30 – hidrocarburos halogenados tales como parafina clorada, bromo octadecano, bromotetradecano, bromononadecano, bromeicosano, bromo docosano.

Las mezclas de estas sustancias también son adecuadas siempre que no se reduzca el punto de fusión fuera del intervalo deseado o el calor de fusión de la mezcla se vuelva demasiado bajo para una aplicación razonable.

- 35 Por ejemplo, los hidrocarburos halogenados mencionados anteriormente se pueden adicionar como retardantes de llama. También se pueden añadir retardantes de llama tales como óxido de decabromodifenilo, óxido de octabromodifenilo, óxido de antimonio o aditivos retardantes de llama descritos en el documento US-A 4 797 160.

- 40 Además, es ventajoso adicionar compuestos solubles en las sustancias formadoras del núcleo de cápsula para evitar la disminución del punto de congelación que a veces ocurre con las sustancias no polares. Como se describe en el documento US-A 5 456 852, se usan ventajosamente los compuestos con un punto de fusión de 20 a 120 °C más alto que la sustancia núcleo en curso. Los compuestos adecuados son los ácidos grasos, los alcoholes grasos, las amidas grasas y los compuestos de hidrocarburos alifáticos mencionados anteriormente como sustancias lipofílicas.

- 45 Las sustancias lipofílicas se seleccionan en dependencia del intervalo de temperatura en el que se desea el almacenamiento de calor. Por ejemplo, en Europa, las sustancias lipofílicas cuya fase de transición sólida/líquida está en el intervalo de temperatura desde 0 a 60 °C se usan preferentemente para almacenar calor en materiales de construcción. Como regla general, se seleccionan para aplicaciones en exteriores, materiales individuales o mezclas con temperaturas de transición desde 0 a 25 °C y para aplicaciones en interiores desde 15 a 30 °C. Especialmente las
- 50 temperaturas de transición de 30 a 60 °C son adecuadas para aplicaciones solares en relación con los materiales de construcción como medio de almacenamiento o para evitar el sobrecalentamiento del aislamiento térmico transparente como se describe en el documento EP-A 333 145. Es ventajoso, por ejemplo, usar mezclas de alcanos obtenidas como destilado técnico y disponibles comercialmente como tales.

- 55 En principio, los materiales conocidos para las microcápsulas para papeles de copia sin carbón pueden usarse como el polímero para la pared de la cápsula. Por ejemplo, es posible encapsular los materiales de almacenamiento de calor latente en gelatina con otros polímeros de acuerdo con los procesos descritos en los documentos GB-A 870476, US 2,800,457, US 3,041,289.

- 60 Los polímeros termoestables son los materiales de pared de preferencia porque son muy resistentes al envejecimiento. Se entiende que termoestable significa materiales de pared que no se ablandan debido al alto grado de reticulación, pero en cambio se descomponen a altas temperaturas. Los materiales de pared termoestables adecuados son, por ejemplo, resinas de formaldehído, poliureas y poliuretanos, así como también polímeros de éster de ácido metacrílico altamente reticulados.

65

Las resinas de formaldehído son productos de reacción de formaldehído con

- triazinas tal como la melamina
- carbamidas tal como la urea
- 5 – fenoles tal como fenol, m-cresol y resorcinol
- compuestos amino y amido tales como anilina, p-toluenosulfonamida, etilenurea y guanidina,

sus mezclas.

10 Las resinas de formaldehído preferidos son resinas de urea-formaldehído, resinas de urea-resorcinol-formaldehído, resinas de urea-melamina y resinas de melamina-formaldehído. Igualmente preferidos son los éteres de alquilo C₁-C₄, especialmente éteres de metilo de estas resinas de formaldehído y las mezclas con estas resinas de formaldehído. Se prefieren particularmente las resinas de melamina formaldehído y/o su éter de metilo.

15 En los procesos conocidos de los papeles de copia sin carbón, las resinas se usan como prepolímeros. El prepólímero todavía es soluble en la fase acuosa y migra a la interfaz en la policondensación y encierra las gotas de aceite. Los métodos para la microencapsulación con resinas de formaldehído son generalmente conocidos y se describen, por ejemplo, en los documentos EP-A-562 344 y EP-A-974 394.

20 Las paredes de las cápsulas hechas de poliureas y poliuretanos también se conocen por los papeles de copia sin carbón. Las paredes de la cápsula se forman por conversión de reactivos que portan grupos NH₂ o grupos OH con di- y/o poliisocianatos. Los isocianatos adecuados son, por ejemplo, etilendiisocianato, 1,4-tetrametilendiisocianato, 1,6-hexametilendiisocianato y 2,4- y 2,6-tolilendiisocianato. También pueden mencionarse poliisocianatos tales como derivados con una estructura biuret, poliuretoniminas e isocianuratos. Los posibles reactivos son: hidrazina, guanidina y sus sales, hidroxilamina, di- y poliaminas y aminoalcoholes. Estos procesos de poliadición de superficie de contacto son conocidos, por ejemplo, de los documentos US 4,021,595, EP-A 0 392 876 y EP-A 0 535 384.

30 Las microcápsulas de preferencia son las que la pared de la cápsula es un polímero de éster de ácido metacrílico altamente reticulado. El grado de reticulación se logra con un contenido de reticulante de 10 % en peso en base al polímero total.

35 Las microcápsulas preferidas están hechas de 30 a 100 % en peso, preferentemente de 30 a 95 % en peso, de uno o más ésteres de alquilo C₁-C₂₄ de ácido acrílico y/o metacrílico como monómeros I. Además, las microcápsulas pueden estar formadas hasta un 80 % en peso, preferentemente desde 5 a 60 % en peso, en particular desde 10 a 50 % en peso, de uno o más monómeros bi- o polifuncionales como los monómeros II, que son insolubles en agua o son ligeramente solubles y están compuestos hasta 40 % en peso, preferentemente hasta 30 % en peso, de otros monómeros III.

40 Los ésteres de alquilo C₁-C₂₄ de ácido acrílico y/o metacrílico son adecuados como monómeros I. Los monómeros I particularmente preferentes son acrilato de metilo, etilo, n-propilo y n-butilo y/o los metacrilatos correspondientes. Se prefieren el acrilato de isopropilo, isobutilo, sec-butilo y terc-butilo y los metacrilatos correspondientes. El metacrilonitrilo también debe mencionarse. En general, se prefieren los metacrilatos.

45 Los monómeros II adecuados son monómeros bifuncionales o polifuncionales que son insolubles o ligeramente solubles en agua pero que tienen una buena o limitada solubilidad en la sustancia lipofílica. La solubilidad leve significa una solubilidad de menos de 60 g/l a 20 °C.

50 Se entiende que los monómeros bifuncionales o polifuncionales significan compuestos que tienen al menos 2 dobles enlaces etilénicos no conjugados.

Los monómeros de divinilo y polivinilo que son particularmente adecuados provocan la reticulación de la pared de la cápsula durante la polimerización.

55 Los monómeros bifuncionales preferidos son los diésteres de dioles con ácido acrílico o ácido metacrílico, también los éteres de dialilo y divinilo de estos dioles.

60 Los monómeros de divinilo preferidos son diacrilato de etanodiol, divinilbenceno, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de 1,3-butilenglicol, metacrilamida de metililo y metacrilato de alilo. Son particularmente preferidos los diacrilatos de propanodiol, butanodiol, pentanodiol y hexanodiol o los metacrilatos correspondientes.

Los monómeros de polivinilo preferidos son triacrilato y metacrilato de trimetilopropano, pentaeritritol trialiléter y tetraacrilato de pentaeritritol.

65 Otros monómeros entran en consideración como monómeros III; son preferidos los monómeros IIIa tales como estireno, α-metilestireno, β-metilestireno, butadieno, isopreno, acetato de vinilo, propionato de vinilo y piridina de vinilo.

Son particularmente preferidos los monómeros IIIb solubles en agua, tales como acrilonitrilo, metacrilamida, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido maleico, anhídrido maleico, N-vinilpirrolidona, acrilato y metacrilato de 2-hidroxietilo y ácido acrilamido-2-metilpropanosulfónico. Además, debe hacerse mención particular de N-metilolacrilamida, N-metilolmetacrilamida, metacrilato de dimetilaminoetilo y metacrilato de dietilaminoetilo.

Las microcápsulas adecuadas para su uso de acuerdo con la invención pueden producirse mediante la denominada polimerización in situ. Las microcápsulas preferidas y su preparación se conocen del documento EP-A-457 154, al que se hace referencia expresa. Las microcápsulas se producen de tal manera que a partir de los monómeros, un iniciador de radicales, un coloide protector y la sustancia lipofílica a encapsular, se produce una emulsión estable de aceite en agua en la que están presentes como una fase dispersa. La proporción de la fase oleosa en la emulsión de aceite en agua es preferentemente de 20 a 60 % en peso.

La polimerización de los monómeros se inicia después por calentamiento, los polímeros resultantes forman la pared de la cápsula que encierra la sustancia lipofílica.

Como regla general, la polimerización se realiza de 20 a 100 °C, preferentemente de 40 a 80 °C. Por supuesto, la temperatura de dispersión y polimerización debe estar por encima de la temperatura de fusión de las sustancias lipofílicas, de modo que se puedan elegir iniciadores radicales cuya temperatura de descomposición está por encima del punto de fusión de la sustancia lipofílica.

Los tiempos de reacción de la polimerización son normalmente de 1 a 10 horas, generalmente de 2 a 5 horas.

En términos de ingeniería de procesos, el procedimiento es generalmente de manera tal que una mezcla de agua, monómeros, coloides protectores, sustancias lipofílicas, iniciadores de radicales libres y, opcionalmente, reguladores se dispersan sucesivamente o simultáneamente y se calientan a la temperatura de descomposición de los iniciadores de radicales libres con agitación vigorosa. La velocidad de polimerización se puede controlar mediante la elección de la temperatura y la cantidad del iniciador radical. Se aconseja comenzar la reacción elevando la temperatura a una temperatura inicial y la polimerización se controla elevando aún más la temperatura.

Después de alcanzar la temperatura final, se aconseja continuar la polimerización durante un período de hasta 2 horas para reducir el contenido residual de monómero.

A continuación de la reacción de polimerización en curso con una conversión de 90 a 99 % en peso, generalmente es ventajoso hacer que las dispersiones acuosas de microcápsulas estén en gran parte libres de odorantes tales como monómeros residuales y otros componentes orgánicos volátiles. Esto se puede lograr físicamente de una manera conocida por se por eliminación mediante la destilación (en particular por destilación a vapor) o por extracción con un gas inerte. También se puede hacer químicamente, como se describe en el documento WO 9924525, ventajosamente mediante polimerización por iniciación redox como se describe en los documentos DE-A-4 435 423, DE-A-4419518 y DE-A-44 35 422.

De esta manera, se pueden producir microcápsulas con un tamaño de partícula promedio (promedio z , determinado por dispersión de luz dinámica cuasi elástica) en el intervalo de 0,5 a 100 μm . Las cápsulas de este tamaño se prefieren para ser usadas de acuerdo con la invención.

Los coloides protectores preferidos son polímeros solubles en agua, ya que reducen la tensión superficial del agua de 73 mN/m a un máximo de 45 a 70 mN/m y, por lo tanto, aseguran la formación de paredes de cápsulas cerradas y microcápsulas con tamaños de partícula preferidos entre 1 y 30 μm , preferentemente 3 y 12 μm . Como regla general, las microcápsulas se producen en presencia de al menos un coloide protector orgánico, que puede ser tanto aniónico como neutro. Los coloides protectores aniónicos y no iónicos también se pueden usar juntos. Se usan preferentemente los coloides protectores inorgánicos, opcionalmente en una mezcla con coloides protectores orgánicos.

Los coloides protectores neutros orgánicos son derivados de celulosa tales como hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa y metilcelulosa, polivinilpirrolidona, copolímeros de vinilpirrolidona, gelatina, goma arábiga, xantano, alginato de sodio, caseína, polietilenglicoles, preferentemente alcohol polivinílico y acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado.

Se pueden adicionar coloides protectores aniónicos para mejorar la estabilidad de las emulsiones. El uso de coloides protectores aniónicos con un alto contenido de microcápsulas en la dispersión es particularmente importante ya que pueden formarse microcápsulas aglomeradas sin un estabilizador iónico adicional. Estos aglomerados reducen el rendimiento de las microcápsulas utilizables cuando los aglomerados son pequeñas cápsulas con un diámetro de 1 a 3 μm y aumentan la sensibilidad a la rotura cuando los aglomerados son mayores de aproximadamente 10 μm .

Los coloides protectores aniónicos adecuados son ácido polimetacrílico, los copolímeros de acrilato y metacrilato de sulfoetilo, acrilato y metacrilato de sulfopropilo, N-(sulfoetil) maleimida, ácidos 2-acrilamido-2-alquilsulfónicos, ácido estirenosulfónico y ácido vinilsulfónico.

Los coloides protectores aniónicos preferidos son ácido naftalenosulfónico y condensados de ácido naftalenosulfónico-formaldehído, y especialmente ácidos poliacrílicos y condensados de ácido fenolsulfónico-formaldehído.

Los coloides protectores aniónicos se usan generalmente en cantidades de 0,1 a 10 % en peso en base a la fase acuosa de la emulsión.

5

Se da preferencia a los coloides protectores inorgánicos, los denominados sistemas Pickering, que permiten la estabilización mediante partículas sólidas muy finas y que son insolubles pero dispersables en agua o insolubles y no dispersables en agua pero humectables por la sustancia lipofílica.

10

Las microencapsulaciones que usan tales sistemas Pickering se describen, por ejemplo, en los documentos US 3,615,972 y US 4,016,110.

15

Un sistema Pickering puede consistir en partículas sólidas solas o adicionalmente de auxiliares que mejoran la dispersabilidad de las partículas en el agua o la humectabilidad de las partículas por la fase lipofílica. Estas herramientas son, por ejemplo, tensioactivos no iónicos, aniónicos, catiónicos o de ion dipolar o coloides protectores poliméricos como se describió anteriormente o a continuación. Además, se pueden añadir sustancias tampón para establecer en cada caso ventajoso, ciertos valores de pH de la fase acuosa. Esto puede reducir la solubilidad en agua de las partículas finas y aumentar la estabilidad de la emulsión. Las sustancias tampón comunes son tampones de fosfato, tampones de acetato y tampones de citrato.

20

Las partículas sólidas finas pueden ser sales metálicas, tales como sales, óxidos e hidróxidos de calcio, magnesio, hierro, zinc, níquel, titanio, aluminio, silicio, bario y manganeso. Se mencionan el hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio, óxido de magnesio, oxalato de calcio, carbonato de calcio, carbonato de bario, sulfato de bario, dióxido de titanio, óxido de aluminio, hidróxido de aluminio y sulfuro de zinc. También se mencionan los silicatos, bentonita, hidroxiapatita e hidrotalcita. Se prefieren particularmente las sílices altamente dispersas, el pirofosfato de magnesio y el fosfato tricálcico.

25

Los sistemas Pickering pueden ser adicionados primero a la fase acuosa o añadirse a la emulsión de aceite en agua agitada. Algunas partículas sólidas finas se forman por precipitación. El pirofosfato de magnesio se produce así mediante la combinación de las soluciones acuosas de pirofosfato de sodio y sulfato de magnesio.

30

Como regla general, el pirofosfato se prepara inmediatamente antes de la dispersión mediante la combinación de una solución acuosa de un pirofosfato de metal alcalino con al menos la cantidad estequiométrica requerida de una sal de magnesio, siendo posible que la sal de magnesio esté presente en forma sólida o en solución acuosa. En una modalidad preferida, el pirofosfato de magnesio se prepara mediante la combinación de soluciones acuosas de pirofosfato de sodio ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) y sulfato de magnesio ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$).

35

Las sílices altamente dispersas pueden dispersarse en agua como partículas sólidas finas. Sin embargo, también es posible usar las denominadas dispersiones coloidales de sílice en agua. Las dispersiones coloidales son alcalinas, mezclas acuosas de sílice. Las partículas se hinchan en el intervalo de pH alcalino y son estables en agua. Para usar estas dispersiones como un sistema Pickering es ventajoso si el pH se ajusta a pH de 2 a 7 con un ácido durante la emulsión de aceite en agua.

40

Los coloides protectores inorgánicos se usan generalmente en cantidades de 0,5 a 15 % en peso, en base a la fase acuosa.

45

En general, los coloides protectores orgánicos neutros se usan en cantidades de 0,1 a 15 % en peso, preferentemente de 0,5 a 10 % en peso, en base a la fase acuosa.

50

Las condiciones de dispersión para producir la emulsión estable de aceite en agua se seleccionan preferentemente de una manera conocida per se de manera que las microcápsulas tengan un diámetro promedio de 1 a 35 μm , preferentemente de 3 a 10 μm .

55

Las microcápsulas se pueden incorporar en la placa de yeso como un polvo o como una dispersión. En este caso, se incorporan preferentemente de 5 a 40 % en peso, en particular de 20 a 35 % en peso de las microcápsulas en base al peso total de la placa de yeso (sustancia seca).

Las placas de yeso de acuerdo con la invención consisten en un núcleo de yeso con láminas de cartón unidas en ambos lados.

60

Las placas de yeso generalmente se hacen de tal manera que la pulpa de yeso acuosa se coloca de forma discontinua o continua entre dos láminas de cartón a base de celulosa, mediante lo cual se forman los revoques. Como generalmente se conoce, la pasta de yeso se elabora adicionando y mezclando continuamente sulfato de calcio β -hemihidrato en agua con aditivos. Las microcápsulas pueden medirse junto con el sulfato de calcio o ya pueden estar presentes como una dispersión acuosa. La dispersión acuosa se mezcla preferentemente con el sulfato de calcio, ya

65

que esto se puede medir particularmente bien. La pasta de yeso obtenida de esta manera se aplica a las láminas de cartón, por ejemplo rociadas y cubiertas con cartón.

Durante el inicio del proceso de curado, las láminas de cartón se forman en tiras en una prensa, por ejemplo; 1,2-1,25 m de ancho y 9,25; 12,5; 15,0; 18,0 o 25 mm de grosor. Estas tiras se endurecen en pocos minutos y se cortan en revoques. En esta etapa, los revoques generalmente aún contienen un tercio de su peso como agua libre. Para eliminar el agua residual, las planchas se someten a un tratamiento térmico a temperaturas de aproximadamente 250 °C. Por ejemplo, se usan secadores de túnel. Los paneles de placas de yeso obtenidos de esta forma tienen una densidad de 750-950 kg/m³.

Las placas de yeso de preferencia son las que usan un cartón de 0,2 a 1 mm de grosor y/o una densidad de 100 a 500 g/m².

El cartón con un peso aproximado de 300 g/m² se usa generalmente para la placa de yeso. Los cartones de este tipo generalmente se producen en varias capas, la última capa es la capa superior del cartón y tiene un peso de 10 a 100 g/m², preferentemente de 30 a 70 g/m².

Además de estas cajas de cartón convencionales, también es posible usar láminas de cartón en las que las capas de recubrimiento exterior de ambas láminas de cartón, las capas intermedias o la totalidad de las láminas de cartón contienen de 10-90, preferentemente de 40-70 % en peso de fibrillas de poliolefina.

El tratamiento térmico de aproximadamente 250 °C que se requiere en la fabricación de la placa de yeso da como resultado una temperatura superficial en los revoques después de que se haya evaporado el agua, que es suficiente para plastificar las fibrillas de poliolefina y pegarlas a los otros componentes de cartón. Los poros en la capa superior del cartón están en gran medida cerrados y la superficie de la placa de yeso se vuelve resistente a la humedad. Esta unión, que cierra los poros, solo ocurre cuando toda el agua se ha evaporado ya que la temperatura en el revoque no puede superar los 100 °C de antemano debido al desarrollo de vapor. Al añadir una ducha de gas caliente con una temperatura del gas de 130 a 300 °C, preferentemente de 140 a 200 °C al tratamiento térmico, el efecto puede mejorarse aún más. El tratamiento con gas caliente también se puede llevar a cabo más tarde, independientemente del tratamiento térmico durante la producción. En lugar de una ducha de gas caliente, también se puede usar un rodillo liso o a relieve cuya temperatura está por encima del punto de ablandamiento de las fibrillas de poliolefina.

De acuerdo con una modalidad, el cartón se usa para la placa de yeso, la masa entera o para las capas individuales, pero preferentemente la capa superior, de una mezcla de 90-10 % en peso, preferentemente de 60-30 % en peso, de fibras de celulosa y de 10-90 % en peso, preferentemente de 40-70 % en peso, de fibrillas de poliolefina, en base a la sustancia seca.

Las fibrillas de poliolefina son fibras de poliolefina producidas, por ejemplo, mediante un proceso de evaporación instantánea en el que una emulsión presurizada y sobrecalentada de

- a) una solución de poliolefina en un solvente de bajo punto de ebullición y
- b) una solución acuosa de un agente hidrofílicante

se rocía a través de una boquilla a una zona a baja presión y el agente hidrofílicante se usa en una cantidad de 0,2-3 % en peso, preferentemente de 0,5-2 % en peso, en base a las poliolefinas.

El polietileno es particularmente adecuado como poliolefina con una viscosidad específica reducida de 0,3 a 30 dl/g, preferentemente 0,7 a 10 dl/g (determinado de acuerdo con H. Weslau, Kunststoffe 49 (1959) p. 230) y una densidad de 0,93 a 0,97 g/cm³ o el polipropileno. Estas poliolefinas pueden contener pequeñas cantidades de comonomeros que tienen de 3 a 6 átomos de carbono.

En principio, todos los tipos conocidos de emulsionantes son adecuados como agentes hidrofílicantes, pero se usan preferentemente agentes hidrofílicantes poliméricos con grupos amina, grupos amida, grupos carboxilo y/o grupos hidroxilo. Se logran muy buenos resultados, en particular con alcohol polivinílico con una viscosidad de la solución (medida en una solución al 4 % a 20 °C en agua) de 4 a 70 cP y un grado de saponificación de 80 al 99,5 %.

Los procesos para producir fibrillas de poliolefina se pueden encontrar, por ejemplo, en el documento DE-A-2718322.

Se ha encontrado que las cajas de cartón con fibrillas de poliolefina pueden procesarse particularmente de manera ventajosa con las microcápsulas que contienen yeso y que tienen particularmente buenas fuerzas de unión intermedias.

De acuerdo con la invención, en lugar de cartón a base de celulosa, también se pueden usar estructuras fibrosas alternativas como recubrimiento en ambos lados de la placa de yeso. Los materiales alternativos son fibras de polímero hechas, por ejemplo, de polipropileno, poliéster, poliamida, poliacrilatos, poliacrilonitrilo y similares. Las fibras de vidrio también son adecuadas. Los materiales alternativos pueden usarse como telas tejidas y como los denominados "no tejidos", es decir, como estructuras no tejidas.

Tales placas de yeso son conocidas, por ejemplo, a partir de los documentos US 4,810,569, US 4,195,110 y US 4,394,411.

5 Los altos niveles de microcápsulas en el yeso pueden hacer que el material de construcción de yeso se vuelva hidrófobo. En algunos casos, esto también puede dar lugar a una mala adhesión a los sustratos sobre los que se aplican estos yesos modificados, de modo que la adhesión al cartón puede deteriorarse.

10 Ahora se ha descubierto que se obtiene una mayor resistencia adhesiva sobre los sustratos tal como el cartón mediante la adición de polímeros naturales y/o sintéticos. Los polímeros solubles en agua adecuados son: almidón y éter de almidón, metilcelulosa de alto peso molecular y otros derivados de la celulosa, derivados de la goma guar, polvo de dispersión termoplástico y dispersiones líquidas a base de acetato de vinilo, etileno-acetato de vinilo, propionato de vinilo, estireno-butadieno, estireno-acrilato y acrilato puro. La cantidad de polímero adicionado es de 0,1 a 5 % en peso en base al peso en seco total del yeso y del almacenamiento de calor latente. De acuerdo con la invención, los polímeros mencionados no solo mejoran la adhesión a la base del cartón, sino que generalmente también aumentan la resistencia a la tracción de la flexión y a la rotura de la placa de yeso. Las placas de yeso de preferencia cuyo yeso contiene de 0,1 a 5 % en peso, en base al peso en seco total del yeso y de los polímeros solubles en agua de almacenamiento de calor latente.

20 También es ventajoso añadir agentes de retención de agua y/o espesantes a las masas de yeso como aditivos adicionales. Los ejemplos usados como espesantes por ejemplo, en el acabado de papel son alcohol polivinílico, derivados de celulosa tales como hidroxietilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, carboximetilcelulosa, ácido poliacrílico y copolímeros con ácido acrílico, tales como ácido polietileno-coacrílico, ácido polimaleico-ácido coacrílico, ácido poliisobutileno-coacrílico y dispersiones de polímero alto con estireno o ésteres de ácido acrílico o acetato de vinilo. Los agentes de retención de agua y/o espesantes se usan generalmente en cantidades de 0,05 a 2 % en peso, en base al peso en seco total del yeso y del almacenamiento de calor latente. El yeso modificado de esta forma tiene excelentes propiedades de procesamiento.

25 Por lo tanto, se prefiere la placa de yeso cuyo yeso contiene de 0,05 a 2 % en peso del agente de retención de agua o espesante, en base al peso en seco total del yeso y del almacenamiento de calor latente.

30 La presente invención se refiere además a un proceso para la producción de placas de yeso que consisten en un núcleo de yeso con láminas de cartón unidas por ambos lados, mediante la introducción de una pasta de yeso acuosa entre dos láminas de cartón a base de celulosa y el tratamiento térmico de los revoques así formados, caracterizados porque la pasta de yeso contienen microcápsulas en la relación en peso de microcápsulas/hemihidrato de sulfato de calcio de 5/95 a 40/60.

35 Las placas de yeso de acuerdo con la invención se distinguen por buenas propiedades de almacenamiento de calor. Los revoques tienen buena estabilidad mecánica y muestran buenas propiedades de almacenamiento. Además, no tienen fugas de cera del almacenamiento de calor.

40 Las placas de yeso son adecuadas para la construcción de interiores de edificios como elementos de paredes y techos. Los siguientes ejemplos están destinados a explicar la invención con más detalle.

45 Los porcentajes en los ejemplos son porcentajes en peso. Los valores de K dados en el ejemplo se determinaron de acuerdo con H. Fikentscher, Cellulose-Chemie, vol. 13, 58-64 y 71-74 (1932) en solución acuosa al 1 % a una temperatura de 25 °C.

Preparación de las microcápsulas

50 Fase acuosa:
 930 g de agua
 263 g de una dispersión coloidal al 30 % de SiO₂ en agua a pH 9,8 (12 nm, 240 m²/g)
 18,2 g de una solución acuosa al 20 % de un polímero de sal de Na del ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfónico al 59 %, ácido acrílico al 20 %, acrilato de metilo al 20 % y estireno al 1 %, valor K: 69
 55 10,5 g de una solución acuosa de dicromato de potasio al 2,5 %

Fase oleosa:
 1100 g de alcano C₁₈-C₂₀ (destilado técnico)
 129,5 g de metacrilato de metilo
 60 57,4 g de diacrilato de butanodiol
 1,9 g de tioglicolato de hexil etilo
 2,3 g de perpivalato de t-butilo

65 Alimentación 1: 2,73 g de hidroperóxido de t-butilo, 70 % en agua. Alimentación 2: 0,84 g de ácido ascórbico; 0,061 g de NaOH; 146 g de H₂O. La fase acuosa anterior se presenta a temperatura ambiente y se ajusta a pH 7 con 14 g de ácido clorhídrico al 10 %. Después que se añadió la fase oleosa, la mezcla se dispersó a 4200 rpm mediante el uso de un

5 agitador de disolución de alta velocidad y el pH se ajusta a 4 mediante el uso de 15 g de ácido clorhídrico al 10 %. Después de 40 minutos de dispersión, se obtuvo una emulsión estable con un tamaño de partícula de 2 a 8 μm de diámetro. La emulsión se calentó con agitación mediante el uso de un agitador de ancla a 56 °C en 4 minutos, a 58 °C en otros 20 minutos, a 71 °C en otros 60 minutos y a 85 °C en otros 60 minutos. La dispersión de microcápsulas formada se enfrió a 70 °C con agitación y se añadió la alimentación 1. La alimentación 2 se midió con agitación a 70 °C durante 80 minutos. Después se enfrió. La dispersión de la microcápsula resultante tiene un contenido de sólidos de 45,7 % y un tamaño promedio de partículas $D(4,3) = 4,22 \mu\text{metro}$.

10 La dispersión puede secarse fácilmente en un secador por pulverización de laboratorio con una boquilla de dos sustancias y separación de ciclón con una temperatura de entrada de 130 °C del gas de calentamiento y una temperatura de salida de 70 °C del polvo de la torre de pulverización. La dispersión de microcápsulas y el polvo muestran un punto de fusión entre 26,5 y 29,5 °C con una entalpía de transformación de la mezcla de alcanos de 130 J/g cuando se calientan en calorimetría diferencial a una velocidad de calentamiento de 1 K/minuto.

15 Producción de la placa de yeso

20 Una mezcla de 750 g de estuco (yeso β -hemihidrato), 250 g de polvo de microcápsulas con almacenamiento de calor latente del ejemplo anterior y 2 g de Culminal® MC 7000 PF (metilcelulosa, Aqualen) se mezclan con 850 g de agua para una pasta uniforme y se vierte inmediatamente sobre un cartón que pesa 300 g/m², cubierto con un segundo cartón, y alisado hasta un grosor de 12 mm. Después de un tiempo de solidificación de 10 minutos, la placa de muestra se seca en un armario de secado a 200 °C durante 15 minutos.

25 La placa de yeso producida de esta forma tiene un aspecto normal, las microcápsulas no han sido destruidas y la capacidad medida de almacenamiento de calor de 20 a 30 °C corresponde al porcentaje calculado de almacenamiento de calor latente añadido.

REIVINDICACIONES

1. 5 1. Uso de microcápsulas con materiales de almacenamiento de calor latente como núcleo de cápsula en una suspensión de yeso de placas de yeso, en donde el yeso contiene de 0,1 % a 5 % en peso de polímeros y de 0,05 % a 2 % en peso de agentes de retención de agua, cada uno basado en el peso seco total del yeso y los materiales de almacenamiento de calor latente, en donde las microcápsulas tienen una pared de la cápsula que comprende un polímero, un tamaño de partícula promedio de 0,5 a 100 µm y un núcleo de cápsula que consiste en > 95 % en peso de materiales de almacenamiento de calor latente, y en donde los materiales de almacenamiento de calor latente son sustancias lipofílicas que tienen su transición de fase sólida/líquida en el rango de temperatura de -20 a 120 °C.
2. 2. El uso de microcápsulas de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la pared de la cápsula es un polímero plástico termoestable.
3. 15 3. El uso de microcápsulas de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque la pared de la cápsula es un polímero de éster metacrilato altamente reticulado.
4. 4. El uso de microcápsulas de acuerdo con las reivindicaciones de la 1 a la 3, caracterizado porque la pared de la cápsula se puede obtener mediante polimerización por radicales de una mezcla de monómeros que contiene
 - de 30 % a 100 % en peso, basado en el peso total de los monómeros, de uno o más ésteres alquílicos C1-C24 de ácido acrílico y/o ácido metacrílico (monómero I),
 - de 0 % a 80 % en peso, basado en el peso total de los monómeros, de un monómero bifuncional o polifuncional (monómero II), que es insoluble o poco soluble en agua, y
 - de 0 % a 40 % en peso, basado en el peso total de los monómeros, de otros monómeros (monómeros III).
5. 25 5. Placas de yeso, que comprenden microcápsulas en la suspensión de yeso, en donde las microcápsulas contienen materiales de almacenamiento de calor latente como núcleo de cápsula, en donde el yeso contiene de 0,1 % a 5 % en peso de polímeros y de 0,05 % a 2 % en peso de agentes de retención de agua, cada uno basado en el peso seco total del yeso, y los materiales de almacenamiento de calor latente, en donde las microcápsulas tienen una pared de la cápsula que contiene polímero, un tamaño de partícula promedio de 0,5 a 100 µm y un núcleo de la cápsula compuesto por más del 95 % en peso de materiales de almacenamiento de calor latente, y en donde los materiales de almacenamiento de calor latente son sustancias lipofílicas que tienen su transición de fase sólida/líquida en el intervalo de temperatura de -20 a 120 °C.
6. 35 6. Las placas de yeso de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizadas porque contienen del 5 al 40 % en peso de microcápsulas, basadas en la placa de yeso.
7. 7. Las placas de yeso de acuerdo con la reivindicación 5 o 6, caracterizadas porque se utiliza una placa de yeso que tiene un grosor de 0,2 a 1 mm y/o una densidad de 100 a 500 g/m².
8. 40 8. El método para producir placas de yeso de acuerdo con las reivindicaciones de la 5 a la 7, que consiste en un núcleo de yeso con láminas de cartón aplicadas a ambos lados mediante la introducción de la suspensión de yeso acuosa entre dos láminas de cartón a base de celulosa y el tratamiento térmico de los paneles así formados, caracterizado porque la suspensión de yeso contiene las microcápsulas en una relación en peso de microcápsulas/hemihidrato de sulfato de calcio de 5/95 a 40/60.