

334779

21 DEC



# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: BERK LIMITED.....

RESIDENCIA: 8 Baker Street, London, W.1.....

INGLATERRA.-.....

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE.....

UNA COMPOSICION DE ESCAYOLA DE SULFA-

TO CALCICO HEMIHDRATO  $\alpha$  ".....

Prioridad: Patente inglesa n.º 54570/65 del 23-12-65,  
refundida con la No. 54571 de la misma fe-  
cha.



1 Este invento se refiere a la manufactura de sulfato  
cálcico hemihidrato y más particularmente de sulfato cálcico  
hemihidrato  $\alpha$ .

5 El sulfato cálcico hemihidrato constituye la base de  
las escayolas de yeso y se obtiene por deshidratación del ye-  
so hasta que se pierde aproximadamente el 15 % del peso del  
yeso en forma de agua. El sulfato cálcico hemihidrato puede  
prepararse por el procedimiento en caldera (calcinación del  
10 yeso en autoclave a temperatura y presión elevadas) o por el  
procedimiento en paila (calcinación del yeso a la presión  
atmosférica).

Existen dos tipos de sulfato cálcico hemihidrato, los  
hemihidratos  $\alpha$  y  $\beta$ , que difieren estructuralmente. Cuando el  
yeso se calcina por el procedimiento en caldera se obtiene el  
15 hemihidrato  $\alpha$ , obteniéndose el hemihidrato  $\beta$  en la calcina-  
ción por el procedimiento en paila.

Cuando uno cualquiera de los hemihidratos  $\alpha$  o  $\beta$  se mez-  
cla con agua se forma una pasta o papilla que fragua en un  
periodo de tiempo muy corto formando una masa dura de sulfa-  
20 to cálcico dihidrato cristalino. El tiempo requerido para al-  
canzar este estado de masa dura, medido desde el momento en  
que se añade la cantidad apropiada de agua, es conocido como  
tiempo de fraguado de la escayola y es generalmente de 5 a 7  
minutos, un tiempo demasiado corto para las operaciones de  
25 escayolado generales.

Es sabido que el tiempo de fraguado de las escayolas  
hemihidrato puede prolongarse incorporando al yeso calcinado  
una pequeña proporción de uno o más materiales, conocidos por  
retardadores, antes de mezclar el hemihidrato con agua. El  
30 retardador puede añadirse al hemihidrato en forma de material



21

1 -seco dividido en partículas o puede añadirse en solución.

Los retardadores sugeridos para este fin han sido compuestos inorgánicos, tales como hidróxido cálcico, ortofosfato cálcico, ácido bórico, bórax, carbonato sódico, disulfato sódico, sulfato sódico, sulfato potásico, fosfato de mono-amonio, di-amonio y tri-amonio y borato amónico, compuestos orgánicos tales como queratina, éteres de celulosa, azúcar de caña y goma arábiga y sales amónicas y metálicas de ácidos orgánicos tales como las sales sódicas o amónicas de los ácidos cítrico, glucónico y aconítico, sales cálcicas de los ácidos propiónico, maleico, succínico y cítrico y ciertas sales de aluminio, ferrosas, férricas, de cobre, cinc, manganeso, cromo y níquel de ácidos orgánicos.

15 Hemos descubierto que añadiendo una cantidad dada de algunos de estos retardadores al yeso antes de calcinar por el procedimiento en caldera, es posible producir una escayola hemihidrato  $\alpha$  con un tiempo de fraguado mayor que el que se obtiene cuando se añade la misma cantidad de retardador al yeso que ha sido calcinado en las mismas condiciones de temperatura y presión.

20 Por lo tanto, de acuerdo con el presente invento, se proporciona un procedimiento para la preparación de una composición de escayola de sulfato cálcico hemihidrato  $\alpha$  que consiste en calcinar una mezcla de yeso y un retardador de la escayola constituido por una sal metálica orgánica o inorgánica a temperatura y presión elevadas, para formar un sulfato cálcico hemihidrato  $\alpha$ .

25 Las temperaturas y presiones utilizadas para llevar a cabo el procedimiento de la invención son las empleadas normalmente en la manufactura del hemihidrato  $\alpha$ . Así pues, se

30



21

1 - utilizan temperaturas comprendidas entre 130° y 250°C, sien-  
do la temperatura de operación preferida alrededor de 200°C.  
Generalmente la presión en el autoclave está determinada por  
la temperatura de operación y está comprendida entre 20 y  
5 400 libras/pulgada<sup>2</sup> (1,4 a 30 kg/cm<sup>2</sup>), preferiblemente al-  
rededor de 250 libras/pulgada<sup>2</sup> (17,6 kg/cm<sup>2</sup>).

Además de los retardadores de la escayola a base de sa-  
les metálicas inorgánicas y orgánicas mencionados anterior-  
mente, hemos hallado que el hidróxido de litio y las sales  
10 de litio de ácidos minerales son retardadores adecuados cuan-  
do se añaden al yeso antes de la calcinación. Son ejemplos  
de las sales de litio que pueden ser utilizadas para este  
fin el cloruro, nitrato, sulfato y fosfato de litio.

La cantidad de retardador de la escayola necesario pa-  
15 ra comunicar un tiempo de fraguado prolongado depende del  
compuesto o combinación de compuesto utilizado. Generalmen-  
te, es necesario añadir el retardador de la escayola en una  
proporción del 1 % del peso del yeso por lo menos, aunque so-  
lo el 0,5 % del peso del yeso prolonga notablemente el tien-  
20 po de fraguado.

Aunque puede emplearse más del 5 %, por ejemplo el  
10 % sobre el peso del yeso, del retardador de la escayola,  
el tiempo de fraguado de ésta con mayores proporciones de  
retardador no es necesariamente mayor que el de la escayola  
25 que contiene el 5 % en peso de retardador de escayola.

El yeso y el retardador de la escayola pueden mezclar-  
se siguiendo cualquier técnica adecuada, siendo preferida la  
molienda en molino de bolas.

Además del retardador, las composiciones de escayola  
30 pueden contener otros materiales normalmente añadidos a las



21

1 -escayolas hemihidrato, por ejemplo virutas de madera, polvo  
de madera u otras cargas ligeras. Estos otros materiales se  
añaden normalmente después de la calcinación, pero si cual-  
quier constituyente adicional de la composición de escayola  
5 que se desee incluir no es aceptado adversamente por las con-  
diciones de calcinación, puede añadirse a la mezcla de yeso  
y retardador antes de la calcinación.

10 Con objeto de que pueda entenderse más completamente  
la invención se dan los siguientes ejemplos a título ilus-  
trativo solamente, siendo todas las partes en peso a menos  
que se indique lo contrario:

15 Los tiempos de fraguado de las escayolas se determina-  
ron por el ensayo de aguja de Vicat según la norma inglesa  
B.S. 1370:1958 Apéndice F, páginas 25-26 y los términos Tiem-  
po de Fraguado Inicial y Tiempo de Fraguado Final utilizados  
de aquí en adelante indican la iniciación y la terminación  
del fraguado respectivamente, medidos a partir del momento  
en que se añade el agua.

#### EJEMPLO 1

20 Se mezclan 1300 g de yeso con 13 g de fosfato diamóni-  
co monohidrógeno como retardador de la escayola en un molino  
de bolas, durante 15 minutos. A continuación se carga en un  
autoclave la mezcla de yeso y retardador de la escayola, se  
lleva a una temperatura de 130° a 150°C y una presión de 20  
25 a 40 libras/pulgada<sup>2</sup> (1,5 a 3 kg/cm<sup>2</sup>) y se mantiene en es-  
tas condiciones hasta que pierde agua en una proporción del  
15 % del peso del yeso. Se deja enfriar el producto, se sa-  
ca del autoclave, se muele hasta que atraviese un tamiz de  
100 mallas, norma inglesa, (150 micras de apertura nominal)  
30 y se mezcla con agua en la proporción de 3 partes de hemi-



1 - hidrato por 2 partes de agua. La escayola tiene un tiempo de fraguado inicial de 1 hora 30 minutos y un tiempo de fraguado final de 2 horas 30 minutos.

5 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 sin adición de fosfato diamónico monohidrógeno. Se determinan los tiempos de fraguado inicial y final como antes y la escayola fragua instantáneamente al cabo de 5 minutos.

EJEMPLOS 2 y 3

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a diferentes presiones y temperaturas de calcinación. Los valores del tiempo de fraguado obtenidos se encuentran en la Tabla I.

TABLA I

15 Ej.	Temperatura °C	Presión lb/in <sup>2</sup> (kg/cm <sup>2</sup> )	% de agua separada en la calcinación	Tiempo de fraguado inicial	Tiempo de fraguado final
2	200	150-0 (10,5-0)	14,1	5 horas 20 minutos	> 24 horas
3	200	250-0 (17,6-0)	15,0	> 7 horas	< 24 horas

EJEMPLOS 4-7

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 para diferentes cantidades de fosfato diamónico hidrógeno. Los valores del tiempo de fraguado obtenidos se dan en la Tabla II.

25

30



1

TABLA II

Ej.	% $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ del peso de yeso	Tempera- tura °C	Presión lb/in <sup>2</sup> (kg/cm <sup>2</sup> )	% de agua separada en la cal- cinación	Tiempo de fraguado inicial	Tiempo de fraguado final	
5	4	0,05	250	310-30 (21,8-2,1)	15	7 horas	24 horas
	5	5	150	40 (3)	15	4 horas	12 horas
10	6	10	130-150	20-40 (1,4-3)	15	50 mins.	1 hora 10 mins.
	7	5	125	16 (11,2)	15	22 mins.	23 mins.

10

EJEMPLOS 8 y 9

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 para diferen-  
tes retardadores de la escayola utilizando varias presiones  
y temperaturas de calcinación. Los valores del tiempo de fra-  
guado se dan en la Tabla III. El porcentaje de retardador de  
la escayola está basado en el peso de yeso.

15

TABLA III

Ej.	Retarda- dor de la escayola	Tempera- tura °C	Presión lb / in <sup>2</sup> (kg / cm <sup>2</sup> )	% de agua separada en la cal- cinación	Tiempo de fraguado inicial	Tiempo de fraguado final	
25	8	1% de a- cetato amónico	140	35-10 (2,5-0,7)	15	2 días	2-3 días
	9	1% fosfa- to diamo- nico mo- nohidró- geno+ 1% hidróxi- do de es- troncio	130-150	20-40 (1,4-3)	15	2 horas 30 mins.	3 horas

25

30



2

1

EJEMPLOS 10-12

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 utilizando como retardador de la escayola el 5 % de fosfato diamónico monohidrógeno sobre el peso del yeso. Se varía el método de incorporación del retardador de la escayola al yeso como se indica en la Tabla IV. Se obtienen diferentes tiempos de fraguado de las escayolas que también están indicados en la Tabla IV.

5

TABLA IV

10

Ej.	Método de incorporación del retardador	Temperatura °C	Presión lb/in <sup>2</sup> (kg/cm <sup>2</sup> )	% de agua separada en la calcinación	Tiempo de fraguado inicial	Tiempo de fraguado final
10	molino de bolas	130-150	20-40 (1,4-3)	15	1 hora 30 mins.	2 horas 30 mins.
11	mezcla a mano	130-150	20-40 (1,4-3)	15	15 mins.	18 mins.
12	carga del molino de bolas reducida	130-150	20-40 (1,4-3)	15	55 mins.	58 mins.

15

EJEMPLO 13

20

En un molino de bolas se mezclan durante 15 minutos 1300 g de yeso con 7,5 g de hidróxido de litio como retardador de la escayola. A continuación la mezcla de yeso y retardador se carga en un autoclave, se lleva a una temperatura de 140°C y una presión de 35-10 libras/pulgada<sup>2</sup> (2,5-0,7 kg/cm<sup>2</sup>) y se mantiene en estas condiciones hasta que se ha separado agua en una proporción del 15 % del peso del yeso. Se deja enfriar el producto, se saca del autoclave, se muele hasta que atraviesa el tamiz de 100 mallas, norma inglesa, (150 micras de apertura nominal) y se mezcla con agua en la proporción de 3 partes de hemihidrato por 2 partes de agua.

25

30



1 -La escayola presenta un tiempo de fraguado inicial de 7,00 horas y un tiempo de fraguado final de menos de 24 horas.

5 Se repite el procedimiento sin adición de hidróxido de litio, utilizando una temperatura de calcinación de 130-150°C y una presión de 20 a 40 libras/pulgada<sup>2</sup> (1,4-3 kg/cm<sup>2</sup>). Los tiempos de fraguado inicial y final se determinan como anteriormente y la escayola fragua instantáneamente al cabo de 5 minutos.

EJEMPLOS 14-17

10 Se repite el procedimiento del Ejemplo 13 utilizando cantidades variables de hidróxido de litio y diferentes presiones y temperaturas de calcinación. Los tiempos de fraguado obtenidos se dan en la Tabla V.

TABLA V

Ej.	% de hidróxido de litio	Temperatura °C	Presión lb /In <sup>2</sup> (kg/cm <sup>2</sup> )	Tiempo de fraguado inicial	Tiempo de fraguado final
14	0,1	140	35-10 (2,5-0,7)	4 mins.	5 mins.
15	1,0	130-150	20-40 (1,4-3)	7 horas	8 horas 30 mins.
16	1,0	136	35-40 (2,5-3)	3 horas 25 mins.	10 a 24 horas
17	5,0	130-150	20-40 (1,4-3)	7 horas	8 horas 30 mins.

EJEMPLO 18

25 Se repite el procedimiento del Ejemplo 13 utilizando como retardador de la escayola 1 % de sulfato de litio en lugar de hidróxido de litio. La mezcla de yeso y retardador de la escayola se calcina a 140-150°C y 60-30 libras/pulgada<sup>2</sup>, (4,2-2,1 kg/cm<sup>2</sup>) hasta que se ha separado el 15,4 % de agua

30



21

1 sobre el peso del yeso. La escayola presenta un tiempo de fraguado inicial de 1 hora 55 minutos y un tiempo de fraguado final de menos de 24 horas.

EJEMPLO 19

5 Se repite el procedimiento del Ejemplo 13 utilizando como retardador de la escayola 1 % de fosfato de litio. La temperatura de calcinación es de 140-160°C y la presión de calcinación es de 65-70 libras/pulgada<sup>2</sup> (4,6-4,9 kg/cm<sup>2</sup>). La calcinación se lleva a cabo hasta que se ha separado  
10/ agua en una proporción del 15,4% sobre el peso del yeso. La escayola presenta un tiempo de fraguado inicial de 6 horas y un tiempo de fraguado final de menos de 24 horas.

EJEMPLOS 20-26

15 Se realizaron otros ensayos comparativos para determinar los tiempos de fraguado obtenidos cuando el retardador se añade al hemihidrato después de la calcinación. Se añadieron cantidades variables de fosfato diamónico monohidrógeno (FDAMH) e hidróxido de litio al hemihidrato producido por calcinación del yeso en autoclave a 150-160°C y una presión de 60 libras/pulgada<sup>2</sup> (4,2 kg/cm<sup>2</sup>) por lo menos. Se  
20 obtuvieron los diferentes tiempos de fraguado de las composiciones de escayola que están indicados en la Tabla VI. La composición de escayola se mezcló con agua en una relación en peso de 3:2.

25

30



TABLA VI

Ejemplo	Retardador	% en peso de retardador	Tiempo de fraguado inicial (minutos)
20	Ninguno	-	6,5
21	FDAMH	1	Aprox. 5
22	FDAMH	5	Aprox. 13
23	FDAMH	10	Aprox. 14
24	LiOH.H <sub>2</sub> O	0,5	7
25	LiOH.H <sub>2</sub> O	1,0	7
26	LiOH.H <sub>2</sub> O	5,0	8

En resumen, la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las siguientes:

15  
20  
25  
30



REIVINDICACIONES

1

1. Un procedimiento de preparación de una composición de escayola de sulfato cálcico hemihidrato  $\alpha$ , que consiste en calcinar una mezcla de yeso y por lo menos un retardador de la escayola, constituido por una sal metálica orgánica o inorgánica, a temperatura y presión elevadas, para convertir el yeso en sulfato cálcico hemihidrato  $\alpha$ .

5

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1 en el cual la calcinación se realiza a una temperatura comprendida entre  $130^{\circ}$  y  $250^{\circ}\text{C}$ .

10

3. Un procedimiento según la Reivindicación 2 en el cual la calcinación se realiza a una temperatura de unos  $200^{\circ}\text{C}$ .

15

4. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 3 en el cual la calcinación se realiza a una presión de 20 a 400 libras/pulgada<sup>2</sup> (1,4-30 kg/cm<sup>2</sup>).

5. Un procedimiento según la Reivindicación 4 en el cual la calcinación se realiza a una presión de unas 200 libras/pulgada<sup>2</sup> (17,5 kg/cm<sup>2</sup>).

20

6. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 5 en el cual la cantidad de retardador de la escayola en la mezcla es del 0,05 % al 5 % sobre el peso del yeso.

25

7. Un procedimiento según la Reivindicación 6 en el cual la cantidad de retardador de la escayola en la mezcla es del 1 % al 5 % sobre el peso del yeso.

8. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 7 en el cual el retardador de la escayola es hidróxido de litio o una sal de litio de un ácido mineral.

30

9. Un procedimiento según la Reivindicación 8 en el



cual la sal de litio es cloruro de litio, nitrato de litio, sulfato de litio o fosfato de litio.

10. Un procedimiento de preparación de una composición de sulfato cálcico hemihidrato  $\alpha$  según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 9 y esencialmente como el descrito aquí en cualquiera de los Ejemplos 1 a 19.

11. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita : "UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE ESCAYOLA DE SULFATO CALCICO HEMIHDRATO  $\alpha$ ".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de trece páginas mecanografiadas.

Madrid, 21 Diciembre 1.966

BERNARDO UNGRIA  
p.p.