429726 OCT. 1974

P.- 58.578

U.S.S.N. 78067 - Div.

Int. Cl.: B28B, B32B

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INTRODUCCION por 10 años

a nombre de UNITED STATES GYPSUM COMPANY

entidad norteamericana

con domicilio en 101 South Wacker Drive, Chicago, Illinois, Estados Unidos de América.

por: "UN METODO PARA AUMENTAR LA RESISTENCIA MECANICA A CUALQUIER DENSIDAD PARTICULAR DEL NUCLEO DE YESO DE UNA PLACA DE PARED FORMADA DE YESO"

(Clase Internacional B28b, B32b)

4-10-74

El presente invento se refiere a placas de yeso, en ciertas ocasiones denominadas placas de escayola, que consisten en un núcleo de yeso encerrado entre hojas de cubierta de papel. El invento se refiere más particularmente a la producción de tales placas de peso o densidad reducidos sin sacrificio de su resistencia mecánica y también a la producción de tales placas sin pérdida de unión entre las hojas de cubierta de papel y el núcleo durante su exposición a elevadas humedades, particularmente durante cortos períodos de tiempo. En general, el invento es una mejora de la acelereación posterior descrita en la patente norteamericana núm. 3.359.146 de Lane y col., la cual patente, en general, pretende conseguir al menos el primero de estos objetivos deseables. Adicionalmente, el invento se destina a la aplicación, no sólo a la combinación de mezcladores primario y secundario expuesta por Lane y col., sino también a los más modernos mezcladores de pasos múltiples de la especie descrita en la patente norteamericana núm. 2.660.416 de Camp.

Las placas de yeso o de escayola han sido durante mucho tiempo un artículo de gran volumen de comercio. Además de las patentes de Lane y col, y de Camp anteriormente mencionadas, la fabricación de placas de yeso ha sido explicada en las patentes norteamericanas de Roos nº. 2.017.022 y nº. 2.080.009. En términos genera-

les, la placa de yeso es fabricada por dispersión de yeso calcinado en agua y adición de una espuma pregenerada de peso ligero para controlar la densidad final de la pasta. Los aditivos corrientemente utilizados en cantidades pequeñas incluyen aceleradores, agentes de protección de la unión, refuerzos de fibras, y reductores de consistencia. Unos aceleradores típicos son: el sulfato de calcio dihidrato, el sulfato de potasio, el sulfato de amonio, y el sulfato de aluminio. Los agentes de protección de la unión son usualmente almidones y harinas cereales. Los refuerzos de fibras pueden ser o bien celulósicos o bien vitreos. Los agentes reductores de la consistencia son ilustrados por los lignosulfonatos, delos cuales, el lignosulfonato amónico es particularmente ventajoso. Estos aditivos se usan en pequeñas cantidades en relación con el peso total del núcleo de la placa, y representan, en total, menos del 5%, usualmente menos del 2% del peso del núcleo acabado.

La pasta que contiene los ingredientes deseados, es preparada en mezcladores de tipo continuo, tales como la combinación de mezcladores primario y secundario descrita por Lane y col., y el mezclador de pasos múltiples descrito en la patente de Camp anteriormente mencionada. La pasta mezclada es depositada de modo continuo sobre una hoja de cubierta de papel que se mueve por deba-

jo del mezclador. Una segunda hoja de cubierta de papel es aplicada encima y, la placa, es hecha pasar bajo un rodillo o rodillos para ajustar el espesor. La banda - continua así formada es transportada sobre una cinta hasta que el yeso calcinado haya fraguado, después de lo cual la banda es cortada para formar placas de longitud deseada y las placas son transportadas a través de un horno de secado para eliminar la humedad excesiva.

La solución de Lane y col., a algunos de los problemas a los que se refiere el presente invento, comprende, en general, un proceso de postaceleración, en el que el yeso calcinado alimentado es dispersado en agua hasta un alto grado de finura, después de lo cual, el acelerador es añadido a la pasta y el producto es entonces vaciado. De la memoria de Lane y col., se desprende evidentemente que un alto grado de dispersión (es decir finura) del yeso calcinado es altamente ventajoso para la producción de placas de resistencia máxima. El procedimiento de Lane y col., en cuanto concierne a operaciones de placas de yeso comerciales, está dirigido a una combinación de mezcladores primario y secundario, en la que el yeso calcinado es dispersado en agua en el mezclador primario y la espuma y el acelerador son añadidos en el mezclador secundario. Aunque esta operación sirve muy bien en esa combinación de mezcladores, no está convenientemente destinada a

los más modernos mezcladores de pasos múltiples descritos por Camp. En esta última patente, la velocidad periférica aumenta cuando el material se mueve hacia el borde exterior del mezclador, haciendo de este modo, la mezcla final más intensa en vez de menos intensa, como sucede con la combinación primario-secundario.

En relación a la resistencia, cuando se mide por cargas de rotura por compresión de placas de yeso o núcleos de placas de yeso en relación a la densidad de los mismos, el concepto de resistencia "estandard" o "normal" descrito por Lane y col., se ha encontrado altamente útil. Lane y col., dicen que la relación densidad/resistencia mecánica no es lineal, sino que a veces corresponde a la ecuación $S = A + 10^{0,0297D}$, en la que S es la resistencia a la compresión en libras por pulgada cuadrada (0,7 kg/cm2), A es una constante que vale 29,02 y D es la densidad en libras por pie cúbico (16 kg/m^3).

Otra característica de la placa de yeso importante en el presente invento es la que es conocida como unión humidificada. Una breve exposición a humedades elevadas, tal como una condición de ensayo que supone una hora de exposición a 32º C y una humedad relativa del 90%, causa un debilitamiento en o cerca de la intercara núcleo-papel, como resultado del cual, el papel puede ser desprendido parcial o completamente del núcleo con un tirón rela-

tivamente suave.

En la rotura, una pequeña parte del núcleo, quizás hasta algunas centésimas de milímetro de espesor, es arrancada a menudo con el papel. Esto se debe quizás a tensiones establecidas por penetración parcial de aire con alto contenido de humedad en la placa, a poca diferencia del equilibrio. Esta condición tiene lugar también en el almacenaje y uso de la placa cuando es expuesta a condiciones de temperatura ambiente y humedad variables. En general, las placas de densidad inferior, exhiben mayores fallos en la unión humidificada que las placas de densidad superior.

Es un objeto principal del presente invento, proporcionar un procedimiento para hacer placas de yeso de densidad más baja y peso más ligero que las conseguidas comercialmente hasta ahora sin sacrificio de la resistencia mecánica de la placa o su resistencia a fallos en la unión al humedecerse.

Es otro objeto del invento, conseguir estos resultados deseables en placas manufacturadas en maquinaria usual productora de placas de yeso.

Es aun otro objeto de este invento, cumplir los resultados deseables antes dichos en placas hechas con maquinaria comercial sin sacrificar la velocidad de producción.

26.4.72.

Es aún otro objeto de este invento, cumplir los resultados ventajosos antes mencionados por el uso de un acelerador de acción retardada.

Es aún otro objeto de este invento, controlar la hidratación del yeso calcinado de una manera que proporcione una elevación de temperaturas relativamente lenta durante las primeras partes del período de hidratación seguida por una rápida elevación de temperaturas hacia el final del período de hidratación medido por aumento de la temperatura.

Aún otro objeto del invento es proporcionar un procedimiento de hidratar el yeso calcinado formando la parte principal del núcleo de la placa de yeso de manera que produzca una multitud de cristales de tipo acicular para mejorar la resistencia mecánica de la placa acabada.

Aún otro objeto del invento es crear una placa de yeso cuyo núcleo está compuesto predominantemente por cristales aciculares cuyos diámetros están generalmente por debajo de unos 3/4 de micra.

Se ha encontrado que los anteriores y otros objetos deseables se consiguen incorporando a la pasta de yeso calcinado, como acelerador único del fraguado de la misma un acelerador cuyo efecto es retardado. Tales aceleradores son preferiblemente yeso (sulfato de cal-

cio dihidrato) recubierto con azúcar de la clase descrita, para otros propósitos en la patente norteamericana de King nº. 2.078.199.

La fig. 1 es una vista obtenida á partir de una fotografía de microscopio electrónico explorador de una probeta de yeso fraguado hecha en el laboratorio usando la composición de estabilización de fraguado enseñada en la patente norteamericana de King nº. 2.078.199.

La fig. 2 es una vista obtenida a partir de una fotografía con microscopio electrónico explorador de una probeta de yeso fraguado hecha en el laboratorio usando el acelerador de acción retardada descrito en este invento sin el retardador requerido por King.

La fig. 3 es una vista obtenida a partir de una fotografía de microscopio electrónico explorador del núcleo de una placa de yeso comercial fabricada usando "Microfloc" como acelerador. (Véanse patentes norteamericanas de McCleary y Kinkade nº. 3.262.799 y nº. 3.307.919).

La fig. 4 es una vista obtenida a partir de una fotografía de microscopio electrónico explorador del núcleo de una placa de yeso comercial hecha de acuerdo con este invento.

La vista interna de la micro-estructura de los cristales de una probeta de yeso proporcionada por las figs. 1 a 4 ha sido posible sólo recientemente. El desarrollo instrumental que ha hecho posible esta vista

interior está relacionado con un microscopio electrónico explorador. La técnica está descrita en general en la siguiente cita de un artículo titulado, "Morphology of Dental Surfaces and Adhesion of Polymeric Filling Materials: Primer Studies with Scanning Electron Microscopy" por Henry Lee, Michael L. Swartz, y D.G. Stoffey que ha aparecido en la página 243 del folleto de la Division of Organic Coatings and Plastics Chemistry del volumen nº. 30 de la American Chemical Society nº. 1. (Se han omitido de la cita las referencias a la bibliografía y a las figuras).

Teniendo en cuenta que solamente hay disponible un número limitado de estos nuevos aparatos, parece deseable escribir durante unos minutos para pasar revista al microscopio electrónico explorador para aquellos lectores que no han tenido ocasión de trabajar con uno personalmente.

El microscopio electrónico explorador se diferencia del instrumento de transmisión en que utiliza electrones reflejados (retrodispersión) o más preferiblemente, electrones de emisión secundaria, emitidos desde la superficie incidente.

Se prefieren los electrones de emisión secundaria a los electrones retrodispersados ya que proporcionan un mayor contraste debido a su emisión

mejorada en el caso de superficies rugosas.

Además, el haz de electrones incidente en un microscopio explorador no es estacionario, sino que explora la superficie de la muestra a la manera de una trama de TV. En un tubo de rayos catódicos, se presenta una pauta en forma de trama sincronizada directamente, y es modulada por la señal procedente del detector de electrones secundarios.

El resultado es una imagen presentada sobre el tubo de rayos catódicos que proporciona aumentos de 50 X a 140.000 X, en una resolución de 300 - 400 Angstroms aproximadamente, y una profundidad de foco de 300-500 veces mayor que un microscopio de luz o un microscopio electrónico de transmisión.

La secuencia de operaciones para utilizar el microscopio es una cirecta. Las muestras son examinadas en la mayor parte de los casos utilizando un microscopio de luz reflejada o de transmisión para determinar el área de interés probable. Entonces, la muestra es montada sobre un porta-objetos, usualmente un pequeño cilindro de latón, usando una pintura o adhesivo conductores (que contengan plata). Los cilindros con las muestras son montador a continuación sobre una bandeja de plástico, usando cinta adhesiva por los dos lados, y colocados en un evaporador de

vacío. Un revestimiento de oro, cobre, o aluminio de un espesor de 200 Angstroms aproximadamente, es depositado sobre la muestra. La muestra es hecha girar durante el revestimiento de modo que se obtenga un recubrimiento conductor uniforme. Generalmente, no se realizan esfuerzos para "sombrear" la muestra como en el microscopio de transmisión, ya que el propósito no es crear una sombra, sino proporcionar una superficie conductora de modo que los electrones no acumulen una carga en un área dada y distorsionen la imagen. El espesor del recubrimiento es menor que la resolución y no altera la imagen, sino que aumenta realmente la nitidez de la imagen.

Se monta entonces un cilindro de muestra en una navecilla y se inserta en la antecámara del instrumento y luego en la cámara de funcionamiento. La posición de la muestra es ajustada por medio de mandos que permiten el movimiento X o Y, así como una rotación o inclinación. La imagen es vista en dos tubos de rayos catódicos, colocados sobre la mesa de control. Una cámara de 35 mm o una cámara Polaroid es colocada en su sitio para registrar las imágenes deseables.

En todas las figuras, la superficie vaciada de yeso está dibujada con aumento de 6420 X, y el ángulo de exploración en cada caso fué de 45º. La

elipse mostrada en la esquina inferior derecha de cada figura indica una dimensión de 1,95 micras, correspondiendo los ejes mayor y menor de la elipse a direcciones paralela y transversal al ángulo de montaje.

El examen de la fig. 1 revela que la composición de King está formada por una multitud de cristales cortos y gruesos. En contraposición la composición de este invento, mostrada en la fig. 2, consiste casi exclusivamente en cristales aciculares, - largos muy delgados de diámetros menores de 3/4 de micra aproximadamente, con ausencia casi completa de los cristales cortos y gruesos encontrados en la composición de King.

Que esta formación de cristales es responsable de las características mejoradas de la placa del presente invento se ilustra como comparación de las figs. 3 y 4. En la fig. 3, que muestra una composición de placa de la técnica anterior, se verá que al menos la mitad de los cristales visibles son cristales gruesos y cortos de la clase mostrada en la fig. 1. Hay solamente visibles unos pocos cristales aciculares, largos, y son de un diámetro bastante grande, del órden de una micra o más. En contraste, la composición del núcleo de la placa de este

invento, mostrada en la fig. 4, exhibe los cristales aciculares y delgados también mostrados en la fig. 2. Los cristales gruesos y cortos están casi completamente ausentes. Se observará que una mayoría sustancial de los cristales de la fig. 4 tiene un diámetro de menos de 3/4 de micra aproximadamente. Esta gran diferencia en la formación de cristales y el tamaño y forma finales de los cristales se cree que son los responsables de las características mejoradas de la placa producida de acuerdo con el presente invento.

EJEMPLO I

Se han realizado ensayos paralelos en una máquina de placas de yeso comercial en los que la placa de control se hizo con acelerador "Microfloc" en comparación con el acelerador de acción retardada del presente invento. El acelerador denominado "Microfloc" es una suspensión acuosa diluída de sulfato de calcio dihidrato. Su producción se ha descrito en las patentes americanas de McCleary y Kinkade nº. 3.262.799 y nº. 3.307.919. El acelerador de acción retardada del presente invento se preparo moliendo yeso en un molino de barras continuo en presencia de aproximadamente el 5% de su peso de sacarosa a una finura Blaine de aproximadamente 8.000 a 12.000 centímetros cuadrados por gramo. (Véase método C-204 ASTM). La diferencia en el

comportamiento observado en el fraguado se muestra en los datos de la tabla siguiente:

TABLA I - A

	Unidades de Prueba	Placa de pared de 12,5 mm con acelerador Microfloc	Placa de pared de 12,5 mm con acelerador de acción retardada.
Valor de uso	Kg/M m^2	57,3	39,2
Fraguado final	Minutos	7,89	7,94
Velocidad máxima de hidratación	ºC/Minuto	5	5,5
Elevación de temperatura durante el tercer minuto	ºC.	2,4	1,9
Relación de velocidad máxima a elevación durante el tercer minuto		2,10	2,91

Se observará que la elevación de temperatura durante las primeras etapas del fraguado con el acelerador del presente invento es mucho menor que la observada en el ensayo de control y que la velocidad de elevación de temperatura hacia el final del perído de fraguado fué sustancialmente mayor en el caso del acelerador de acción retardada usado en el presente invento. Las pruebas contenidas en este ejemplo muestran además que el peso normal de la placa de control fué de 9272 Kg/m m^2 aproximadamente (densidad del núcleo 731,2 kg/m^3) y que las resistencias mecánicas

equivalentes y las características de la unión humidificada se consiguieron con el acelerador de acción retardada del presente invento con pesos tan bajos como 8.040 kg/M m^2 (densidad del núcleo 638,5 kg/m^3).

Otra de las ventajas hallada en los ensayos descritos en este ejemplo, consiste en la dureza del borde de la placa. Es bien conocido, que los bordes de la placa de yeso son sometidos especialmente a calcinación y por ello a un ablandamiento excesivo al pasar a través del horno de secado. En los ensayos mencionados, se ha encontrado que la dureza media del borde era de aproximadamente 5 puntos (de aproximadamente 15-20) superior a igualdad de peso de placa usando el acelerador de acción retardada del presente invento. Otros datos recogidos en los ensayos de que se informa en este ejemplo se han mostrado en las dos tablas siguientes, la primera de las cuales explica la calidad del núcleo de las placas y la segunda de las cuales representa los resultados de la prueba de la unión humidificada después de una hora de humidificación a 37º C - 90% HA.

TABLA I - B

	Densidad en seco Kg/m^3	Resistencia mecánica Kg/m^2	Resistencia mecánica % Normal.
Acelerador de control Microfloc	760,0	46,1	88,0
Prueba, placa de peso "Normal", con acelerador de acción retardada.	748,8	51,9	105,0
Prueba, placa de peso reducido, con acelerador de acción retardada	726,4	47,1	105,0
Prueba, placa de peso reducido, con acelerador de acción retardada	681,6	36,4	98,0
Prueba, placa de peso "Normal", con acelerador de acción retardada.	747,2	52,8	110,0

- - - - - -

TABLA I - C

	Número medio de placas	Peso de la placa de 12,5 mm, en kg/M	Densidad del núcleo kg/m^3	% de fallo en la unión	
				Cara	Dorso
Aceleración con Microfloc control	6	840	720	28	69
Acelerador de acción retardada	8	851,4	729,6	2	3
Acelerador de acción retardada	6	808,7	688	7	12

Acelerador de acción retardada	4	816,8	694,6	6	30
Acelerador de acción retardada	5	774,0	656,0	35	81

EJEMPLO II

Los ensayos realizados en este ejemplo condujeron a una placa de yeso comercial que produce características diferentes de las del Ejemplo I e indica la misma clase de rango de mejoras. Los datos se han dado en la tabla siguiente.

TABLA II

	Unidades del ensayo	Acelerador de sulfato de potasio y Bloque	Acelerador de acción retardada
Uso	kg/M m^2	48,8 ± 7,3	34,3
Elevación de temp. en el fraguado final.	Min.	6,5	6,8
Máximo velocidad de hidratación	ºC/Min.	4,2	4,7
Elevación de la temperatura durante el tercer min.	ºC	2,8	2,7
Relación de la velocidad máxima a la elevación durante el tercer min.		1,46	1,76

EJEMPLO III

Se preparó una serie de placas de yeso en

en el laboratorio para comparar las características del acelerador molido en bloque con el acelerador de acción retardada de este invento. Este último era el yeso previamente descrito que había sido molido con 5% de sacarosa. Las placas se prepararon en series de densidades de núcleos desde un valor superior a 800 kg/m3 hasta un valor inferior a 608 kg/m^3. Muy en contraste con la experiencia en instalaciones comerciales, el acelerador en bloque molido, preparado cuidadosamente en condiciones de laboratorio, trabaja muy efectivamente como acelerador. Se encontró que las placas a densidades correspondientes eran sustancialmente iguales en resistencia mecánica a la compresión del núcleo y en resistencia al paso de aire, medida la última con un Densímetro de Gurley. Sin embargo, la prueba para fallos en la unión humidificada muestra claramente, incluso en condiciones muy próximas a las ideales, las ventajas significativas del presente invento, particularmente cuando se desea hacer placas de peso más bajo. Las placas fueron acondicionadas durante 24 horas a 37ºC y 90% de HA y a continuación se probaron en el ensayo de fallos en la unión usual. La densidad y el porcentaje de fallos de la unión se han mostrado en la tabla siguiente.

TABLA III

Densidad del núcleo kg/m^3	% de fallos de unión	
	Acelerador bloque	Invento
800	0	0
720	9	12
632-640	57	20
608-624	97	53

Se observará que a densidades de núcleo altas, la unión humidificada es sustancialmente igual entre la placa acelerada con bloque molido y la placa acelerada con el acelerador de acción retardada de este invento. Sin embargo, comienzan a aparecer diferencias muy marcadas e importantes cuando la densidad del núcleo se reduce. Los resultados en los rangos de densidad inferiores son especialmente significativos. Nótese que a una densidad de 632-640 kg, el acelerador de este invento produjo una placa que mostraba sólamente un 20% de fallos de la unión y que el tanto por ciento de fallos aumentó solamente al 53% cuando la densidad se redujo todavía a 608-624 kg. En contraste, la placa preparada con acelerador molido en bloque mostró un 57% de fallos de la unión a 632-640 kg de densidad y un 97% de fallos de la unión a 608-624 kg de densidad. Esto ilustra el carácter muy crítico de este fenómeno cuando se hacen esfuerzos para reducir el peso de la placa.

Los datos de este ejemplo, de las placas hechas en condiciones de laboratorio controladas, también ilustran, cuando se comparan con los datos de fallos de la unión del Ejemplo I, la diferencia esperable en el traslado de experiencias de laboratorio a producción en maquinaria a gran escala. Los datos muestran claramente los resultados altamente ventajosos del acelerador de acción retardada del presente invento en la fabricación de placas de peso ligero.

R E I V I N D I C A C I O N E S

Los puntos de invención propia y no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Introducción, por DIEZ años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un método para aumentar la resistencia mecánica a cualquier densidad particular del núcleo de ye-

so de una placa de pared formada de yeso, comprendiendo el método las operaciones de incorporar un acelerador de acción retardada que comprende una mezcla de yeso finamente molido, no calcinado, y un azúcar en el yeso, estando presente dicho azúcar en una cantidad de hasta el 5% aproximadamente del peso de dicho yeso, y vaciar luego el yeso entre hojas de papel de cubierta y permitir el fraguado del mismo para formar una placa de pared de yeso.

24.- Un método para aumentar la resistencia mecánica a cualquier densidad particular del núcleo de yeso de una placa de pared formada de yeso.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado

Esta Memoria consta de veintiuna hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16 OCT. 1974

P.A.

Fernando de Elzaburu
Por Poder.

4-10-74

LFG/.

P. 58 578

HOJA UNICA

Fig: 1

Fig: 2

Fig: 3

Fig: 4

Fernando de Elzáburu
Por Poder.