

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial

Concedido el Registro de la Propiedad Industrial con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

NUMERO 466766

(10) A1

FECHA DE PRESENTACION

8-Febrero-1.978

20 OCT. 1978



ESPAÑA

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
77/03561	9-2-77	Francia
77/10060	4-4-77	"
77/20773	6-7-77	"

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C04B; F04C; B28B	

(64) TITULO DE LA INVENCION
 "PROCEDIMIENTO DE DENSIFICACION BAJO PRESION DE MEZCLAS CONSTITUIDAS ESENCIALMENTE POR ESCAYOLA Y UN MATERIAL QUE APORTA AGUA"

(71) SOLICITANTE (ES)
 RHONE-POULENC INDUSTRIES (R 2437/R2437
 A1/R 2500)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
 22, avenue Montaigne, 75-París (8 éme), Francia

(72) INVENTOR (ES)
 Michel Deleuil

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE
 DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-67.819)

1 Uno de los objetos del presente invento es un perfeccionamiento del procedimiento de densificación o compactación de mezclas de yeso húmedo-escayola, su aplicación en particular a la fabricación de piezas moldeadas bajo débil
5 presión y los materiales obtenidos por el procedimiento.

Ya ha sido propuesto moldear bajo presión mezclas de escayola y yeso. Así la solicitud de patente holandesa nº 6.809.939 describe principalmente un procedimiento que
10 consiste en mezclar yeso (sulfato de calcio dihidratado) residual que proviene de la fabricación de ácido fosfórico con escayola (sulfato de calcio semihidratado) en una relación ponderal de un máximo de 5/1 y, comprimir esta mezcla en un molde bajo una presión de al menos 100 kg/cm^2 . La cantidad de escayola utilizada en la mezcla depende del material que se desea constituir y del contenido en agua de yeso
15 residual. Además, se estima que el agua del yeso, en forma de agua unida físicamente o absorbida superficialmente, reacciona bajo la influencia de la fuerte presión con la escayola de la mezcla formando sulfato de calcio dihidratado, cuyo fraguado da un material utilizable principalmente
20 en la industria agrícola, en la fabricación de ladrillos o placas acústicas y en la industria del cemento.

La necesidad de densificar, según el procedimiento de la solicitud holandesa, las mezclas yeso-escayola a
25 presiones superiores a 100 kg/cm^2 para obtener materiales interesantes resta a este procedimiento un poco de su interés tanto en el plano práctico como en el económico.

La sociedad solicitante ha descubierto que era posible obtener materiales que poseen buenas cualidades principalmente mecánicas, por densificación, en ciertas condi-
30

1 ciones, de las mezclas de yeso húmedo-escayola principalmen-
te bajo presiones débiles.

El presente invento se refiere en efecto en su pri-
mer aspecto, a un procedimiento de densificación bajo pre-
5 sión de mezclas constituidas esencialmente por yeso húmedo-
y escayola, caracterizado porque

- la escayola utilizada tiene una superficie Blaine
comprendida entre 500 y 15000 cm^2/g .
- el yeso húmedo tiene un contenido de agua com-
10 prendido entre 15 y 40%,
- la superficie Blaine del yeso está comprendida
entre 200 y 10000 cm^2/g .
- el porcentaje en peso de escayola en la mezcla
de yeso húmedo-escayola está comprendido entre
15 30 y 60%,
- la relación en peso escayola/yeso húmedo es tal
que el exceso de agua con relación a la cantidad
estequiométrica necesaria para el fraguado poste-
rior de la mezcla, está comprendido entre 0 y 15
20 % del peso total de la mezcla.

El origen del yeso que se puede emplear según el
invento puede ser muy diverso. Por ejemplo, es posible uti-
lizar con fines del invento, yeso húmedo sintético que pro-
viene principalmente.

- de la fabricación industrial de ácidos por ata-
que de una sal de calcio con ácido sulfúrico,
entre estas fabricaciones puede necesitarse las
del ácido fosfórico, por ataque del fosfato de
calcio por ácido sulfúrico, del ácido fluorhí-
drico por ataque de la fluorina por ácido sul-
30

- 1 fúrico, del ácido bórico y de los ácidos orgánicos como el ácido cítrico, tartárico,
- 5 - de la fabricación del carbonato de sodio o del rayón por acción del cloruro de calcio residual con sulfato de sodio,
- de la activación de las arcillas por acción del carbonato de calcio sobre el sulfato de aluminio residual,
- 10 - de la preparación de fenoles y del ácido húmico por acción del ácido sulfúrico sobre el oxalato de calcio residual,
- de la neutralización de los efluentes industriales ácidos principalmente por cal o carbonato de calcio

15 Estos efluentes ácidos pueden tener orígenes diversos como por ejemplo la fabricación industrial de óxido de titanio por vía sulfúrica, los procedimientos de decapado en la fabricación del acero, los procedimientos de refino, de sulfatos de cobre o de zinc.

20 Igualmente es posible emplear según el invento yeso natural.

25 Cuando se utiliza según el invento un yeso, denominado en lo que sigue fosfoyeso, que resulta de un procedimiento de fabricación del ácido fosfórico, se utilizará ventajosamente, para los fines del invento, fosfoyeso que proviene de la fabricación del ácido fosfórico, tal como está descrito en la patente francesa nº 1.125.849 y 1.181.150, o tal como el que resulta de la filtración del líquido de ataque de los substratos por ejemplo por medio del filtro descrito en la patente francesa nº 1.327.693, bien después

30

1 de haber experimentado una etapa de purificación y eventual-
mente de neutralización. La etapa de purificación comprende
generalmente un lavado sencillo seguido de un filtrado o de
un filtrado con succión, o bien un tratamiento en hidrocic-
5 clón seguido de una filtración o de una filtración con suc-
ción, o incluso una flotación seguida de una filtración o
de una filtración con succión, es evidente que las opera-
ciones de esta etapa de purificación pueden adaptarse de
todas las formas conocidas por el experto en la técnica, en
10 función principalmente de la naturaleza de las impurezas que
se desean eliminar en el yeso y de la granulometría del ye-
so tratado. En lo que se refiere al detalle de las opera-
ciones de purificación principalmente por tratamiento en
hidrociclón se pueden trabajar ventajosamente tal como se
15 describe en la patente francesa nº 1.601.411. Además, la
etapa eventual de neutralización del fosfoyeso se efectua-
rá ventajosamente según el procedimiento descrito en la so-
licitud de patente francesa nº 75.12923. La solicitud de
patente francesa nº 75.12923 describe un procedimiento de
20 purificación de fosfoyeso en el que se destruyen las impu-
rezas ácidas del yeso sintético por medio de un compuesto
de reacción alcalina, poniendo el yeso sintético en suspen-
sión en agua y luego poniendo en contacto la suspensión con
un compuesto de reacción alcalina en cantidad Q elegida en
25 función del contenido (p) en flúor del yeso en un reactor
provisto de medios de agitación de forma que el medio de
reacción se vuelva prácticamente homogéneo, manteniendo el
contacto durante una duración necesaria para la reacción
química, y extrayendo al menos una parte de la suspensión
30 que se somete a continuación una purificación por lavado

1 y filtración. El compuesto de reacción alcalina se elige en
el grupo formado por cal, carbonato de calcio, sosa, carbo-
nato de sodio, potasa, carbonato de potasio, magnesia, carbo-
nato de magnesio. La cantidad Q de compuesto de reacción al-
5 calina utilizado y elegido por medio de la fórmula $Q = Q_0 + K_p$
en la que Q representa el número de equivalentes OH^- por kg
de yeso, Q_0 es el número de equivalentes OH para neutralizar
las acideces solubles en agua por kg de yeso, K_p es un coe-
ficiente comprendido entre 0,2 y 0,6 y cuyo valor depende
10 de la naturaleza de los compuestos fluorados presentes en el
yeso. Se mantiene en el reactor un pH constante elegido en-
tre 7 y 13, y se mantiene en el reactor una temperatura cons-
tante elegida entre la temperatura ambiente y 90°C.

15 El yeso utilizado según el primer aspecto del pro-
cedimiento del invento tiene un contenido de agua comprendi-
do preferiblemente entre 15 y 40%; en efecto es ventajoso
utilizar yeso en estado pulverulento y evitar que se vuelva
pastoso durante su utilización debido a un contenido en agua
superior a aproximadamente 40%.

20 En el objeto más particular del invento según el
cual se intentan obtener materiales que tengan buenas pro-
piedades, utilizando principalmente bajas presiones de den-
sificación, es interesante utilizar yesos que tengan un con-
tenido en agua comprendido entre 25 y 35% y preferiblemente
25 próximos a 30%.

Además, es ventajoso en este mismo objeto utilizar
yesos no triturados de granulometría fina, lo que permite
principalmente conservar el estado pulverulento del yeso a
índices de humedad elevados preferidos antes descritos. La
30 superficie Blaine correspondiente a tales yesos está com-

1 prendida entre 200 y 10000 cm^2/g y preferiblemente comprendida entre 200 y 6000 cm^2/g y más particularmente entre 1000 y 4000 cm^2/g .

5 Además, como variante, según el procedimiento del invento, puede intentarse sustituir el yeso por cualquier material susceptible de proporcionar el agua necesaria para el fraguado de la escayola durante la densificación. Así, se podrá igualmente utilizar según el procedimiento del invento sustituyendo total o parcialmente yeso por fi-
10 bras naturales húmedas, vermiculita húmeda, arena, sulfato ferroso húmedo tal como por ejemplo procedente de la fabricación del óxido de titanio por la vía sulfúrica y otros diversos polvos minerales húmedos.

15 El origen de la escayola utilizada según el procedimiento del invento puede ser extremadamente diverso. Así, pueden utilizarse diversas escayolas a base de sulfato de calcio semihidratado alfa o a base de sulfato de calcio semihidratado beta. Estas escayolas pueden contener proporciones muy variadas en anhídrita II y de anhídrita III, además, el índice residual de yeso en éstas puede ir hasta
20 aproximadamente 15% en peso. En particular, puede ser ventajoso utilizar escayolas que tienen casi 100% de anhídrita III soluble.

25 Según el objeto particular del invento puede ser ventajoso utilizar una escayola de superficie Blaine comprendida entre 500 y 15000 cm^2/g y más particularmente entre 2500 y 7000 cm^2/g y preferiblemente de granulometría estrecha. Se entiende por granulometría estrecha una repartición granulométrica tal que la parte más grande de las
30 partículas tenga una dimensión comprendida entre 20 y 100

1 micras; tal repartición granulométrica está representada principalmente por las escayolas ex-fosfoyeso que, tienen ventajosamente una curva granulométrica centrada alrededor de 40 micras.

5 Esta granulometría preferida fina y estrecha conduce a una escayola de densidad aparente débil, particularmente ventajosa para los fines del invento. Así, la escayola ex-fosfoyeso es muy interesante en este objeto pues posee bien directamente o bien después de trituración simple las características requeridas.

10 Según una utilización preferida del invento la escayola ex-fosfoyeso es particularmente apta para obtenerse por secado y calcinación del fosfoyeso proveniente principalmente de procedimientos antes descritos. Puede emplearse diversas vías de secado-calcinación para fabricar escayola que conviene a los fines del invento, entre las que se pueden citar las que utilizan un horno giratorio continuo de calentamiento indirecto, un horno giratorio discontinuo cíclico de calentamiento indirecto, un calcinador de tornillo (tal como por ejemplo el descrito en el procedimiento de la patente francesa 1.601.411), un secado neumático y una calcinación en lecho fluido (tal como el descrito en la solicitud de patente francesa nº 75.16119) o una calcinación de tipo neumático realizada en un aparato de tipo del descrito en la patente francesa nº 2.257.326. La solicitud de patente francesa nº 75.16119 se refiere principalmente a un procedimiento de tratamiento térmico de yeso para la transformación en semihidrato por calentamiento indirecto, en lecho fluidizado, caracterizado porque se realiza en combinación en continuo la fluidización continua del

15
20
25
30

1 yeso finamente dividido por medio de un gas constituido esencialmente por aire, una velocidad de alimentación del gas de fluidización comprendida entre la velocidad mínima teórica por debajo de la que el lecho queda en reposo y aproximadamente 6 veces esta velocidad, un camino sensiblemente horizontal de materia de un extremo al otro del lecho fluido simultáneamente con el avance de la reacción de deshidratación, un aporte de calorías por medio de elementos de calefacción sumergidos en el lecho fluido, de tal forma que exista una diferencia de temperatura de varias decenas de grados centígrados entre la temperatura media de cada elemento de calefacción y la materia fluidizada, la eliminación del vapor de agua producido por la reacción y recogiéndose en el extremo de la salida del lecho fluido un producto transformado de manera prácticamente total en el semi-hidrato. Se realiza en estos elementos de calefacción autónomos, la circulación continua de un fluido caliente de forma que se establezca a la entrada de cada elemento de calefacción una temperatura prácticamente constante comprendida entre 180°C y 300°C. Se regula la temperatura del fluido caliente a la salida de cada elemento de calefacción, de suerte que sea de 30°C a 40°C inferior a la temperatura de entrada por medio del control del caudal del fluido caliente.

25 La mezcla de yeso húmedo-escayola según el primer aspecto del invento es tal que el porcentaje en peso de escayola en ésta, está comprendido entre 30 y 60% y preferiblemente entre 40 y 60%. Este índice de escayola se ajusta en la mezcla en función del exceso de agua con el que se quiere trabajar en los límites del invento y en consecuencia en función de las cualidades mecánicas investigadas. Así,

1 según el presente invento la relación en peso escayola/ye-
so húmedo es tal que es exceso de agua con relación a la
cantidad estequiométrica necesaria para el fraguado ulte-
rior de la mezcla está comprendido entre 0 y 15% del peso
5 total de la mezcla; preferiblemente, esta relación está
comprendida entre 2 y 8%. El índice de escayola utilizado
en la mezcla depende pues de la humedad del yeso, del ex-
ceso de agua de trabajo elegida y de la composición en hi-
dratos de la escayola.

10 Se puede traducir los límites del índice de esca-
yola preconizado en el presente invento por la expresión
siguiente:

$$0 \leq \frac{E - \alpha P}{100 + P} \leq 0,15$$

15 En esta expresión, P son los gramos de escayola
mezclados con 100 g de yeso húmedo que contienen E gramos
de agua libre. La composición en hidratos de esta escayola
es tal que por cada 100 g de escayola pasaría estequiomé-
tricamente al estado del yeso con 100 α g de agua.

20 El exceso de agua de trabajo se escribe $e = E - P$
y por tanto los límites de e en el campo $0\% \leq e \leq 15\%$
se traduce en

$$\begin{cases} \alpha P \leq E \\ (100 + 0,15) P \geq E - 15 \end{cases}$$

25 Si por ejemplo el yeso contiene 25% de agua libre
($E = 25$) si la escayola E es semi-hidratada pura CaSO_4 ,
 $1/2\text{H}_2\text{O}$ ($\alpha = \frac{27}{145} = 0,186$), y se quiere trabajar con un ex-
ceso de agua = 3% se tendrá:

30

120178

1

$$\frac{E - \alpha P}{100 + P} = 0,03$$

$$100 + P$$

$$25 - 3 = P (0,186 + 0,03)$$

$p \approx 102$ g para 100 g de yeso húmedo.

5

Antes de realizar la densificación, es necesario mezclar bien el yeso húmedo y la escayola. Esta operación puede hacerse por cualquier medio conocido por ejemplo con ayuda de un agitador del tipo turbina o hélice, o un mezclador de tomillo.

10

Las presiones de densificación utilizadas en el objeto preferido del invento en su primer aspecto están comprendidas entre 30 y 100 kg/cm²; es evidente que utilizando presiones superiores se obtiene igualmente materiales interesantes. El presente invento no está pues limitado a la utilización de presiones preferidas, el procedimiento puede igualmente aplicarse cuando se utilizan presiones superiores a 100 kg/cm².

15

20

En efecto, según el presente invento, se pueden obtener propiedades mecánicas análogas a las obtenidas con los elementos de escayola tradicional de prefabricación (por ejemplo 25 a 30 kg/cm² de resistencia a la flexión y 60 a 80 kg/cm² de resistencia a la compresión) por utilización de mezclas de yeso húmedo-escayola citadas y la aplicación de presiones de densificación inferiores a 100

25

kg/cm². Si se desean obtener calidades superiores (por ejemplo 50 a 60 kg/cm² a la flexión) es suficiente aumentar el peso de la mezcla que ha de densificarse para un volumen final dado. Esto tiene por efecto, aumentar evidentemente la presión necesaria en la densificación, pero la calidad de las mezclas reivindicadas es tal que las calidades de-

30

1 scadas se obtienen siempre a presión de densificación mínima.

5 La presión puede aplicarse bien según un único plano sobre la mezcla o simultáneamente según planos opuestos. Eventualmente puede ser ventajoso efectuar una pre-densificación de la mezcla.

10 Los tiempos de aplicación de la presión pueden ser variables, sin embargo la sociedad solicitante ha observado que generalmente tiempos de aplicación de la presión bastante cortos, por ejemplo del orden de 15 a 30 segundos e incluso inferiores a 15 segundos dan inmediatamente materiales manipulables. Esta rapidez permite fabricar objetos que tengan buenas propiedades a ritmos elevados y constituye un elemento positivo desde el punto de vista industrial y un interés particular del procedimiento según el invento.

15 Ha de observarse que un interés suplementario del procedimiento del invento es su coste energético extremadamente bajo en la medida en que por una parte no se necesita hacer un secado del material densificado y, por otra parte, el material no está constituido más que por el 30 al 60% de escayola, necesitando la escayola para su fabricación un secado y una calcinación del yeso.

20 Otra ventaja del procedimiento según el invento es que deja una gran libertad en la elección de la naturaleza y cantidades de los coadyuvantes eventuales. Así, puede añadirse ventajosamente a la mezcla o a sus constituyentes diversos coadyuvantes como: agentes neutralizantes, (cal, carbonato de calcio), agentes hidrófugos (metilsiliconatos), agentes reforzantes (fibras minerales u orgánicas), productos minerales (sulfato de aluminio o cal),

1 polímeros (resinas de urea-formol o poliacetatos de vinilo),
y diversas cargas (gravas o caolín).

5 Como variante según el procedimiento del invento,
puede procederse a una adición de agua cuando el yeso utili-
zado está bien seco, o bien insuficientemente húmedo. En es-
te caso, se puede añadir el agua necesaria bien al yeso an-
tes de la mezcla, bien después de la haber mezclado el ye-
so seco o insuficientemente húmedo y la escayola a nivel del
molde inmediatamente antes de la densificación. Esta adi-
10 ción de agua debe efectuarse evidentemente respetando las
características del procedimiento del invento.

El procedimiento del invento se aplica a la fabri-
cación de cualquier pieza moldeada cualquiera que sea su
forma, o su dimensión. Es en particular utilizable para
15 fabricación de baldosas, bloques, placas, compuestos yux-
tapuestos, tabiques, fachadas, fundas, pisos, etc....

Los materiales obtenidos presentan principalmente
cualidades mecánicas elevadas y nueva captación de agua muy
débiles por inmersión. Así, por ejemplo, las resistencias
20 a la flexión y a la compresión medidas sobre barras de 4
cm x 4 cm x 16 cm, 24 horas después de la densificación y
obtenidas con presiones de densificación inferiores a 100
kg/cm² varían en los límites siguientes:

$$25 \leq \text{flexión en kg/cm}^2 \leq 55$$
$$25 \leq \text{compresión en kg/cm}^2 \leq 180$$

$$\text{Dureza superficial Shore escala c} \geq 60\%$$

Además, por ejemplo, aumentando el peso densifica-
do para el mismo volumen dado (4 x 4 x 16 cm) y por tanto
la presión de densificación, se puede obtener hasta 100 kg/
30 cm² de resistencia a la flexión y hasta 400 kg/cm² de re-

1 sistencia a la compresión para una presión de densifica-
ción que va hasta 250 kg/cm².

Además, la nueva captación de agua por inmersión
de los materiales según el invento es muy débil; así, por
5 ejemplo, la inmersión durante 24 horas en agua de las pro-
betas de 4 cm x 4 cm x 16 cm no ocasiona una nueva capta-
ción de agua más que del 2 a 6% en peso y conservan más del
60% de sus cualidades mecánicas. Si además la densidad de
los materiales según el invento sobrepasa 1,6 la nueva cap-
10 tación de agua es incluso más débil (de 2 a 3%) y las cua-
lidades mecánicas iniciales se conservan en más del 90%.

Se ha observado que la densidad final después de
24 horas de almacenamiento al aire de los materiales obte-
nidos según el procedimiento del invento está comprendida
15 en general entre 1,4 y 1,6 cuando la presión de densifica-
ción ha sido inferior a 100 kg/cm², y entre 1,6 y 2,0 para
presiones superiores.

Los materiales obtenidos según el invento pueden
ser interesante en campos muy numerosos. Son principalmen-
20 te susceptibles de sustituir o bien a elementos de escayola
o bien a elementos de hormigón o de ladrillos. En la sus-
titución de los elementos de escayola los materiales del
invento ocasionan una economía sustancial en el campo de la
energía consumida para realizarlos y, pueden además cumplir
25 funciones portadoras sobre espesores pequeños y grandes
longitudes que no eran realizadas por elementos de escayo-
la. En la sustitución de los elementos de hormigón o de la-
drillos los materiales según el invento permiten obtener
ventajas suplementarias en las cualidades equivalentes como
30 el acabado, el aislamiento térmico y acústico, posibilidades

1 de formas más variadas, fijación más fácil.

5 Prosiguiendo sus investigaciones, la Sociedad solicitante ha descubierto que era igualmente posible obtener materiales que tenían excelentes propiedades por un procedimiento similar al descrito anteriormente aplicando índices de escayola en la mezcla comprendidos entre 60 y 99% en peso y añadiendo una cierta cantidad de agua a la mezcla.

10 El presente invento en su segundo aspecto se refiere a un perfeccionamiento del procedimiento de densificación a presión de mezclas constituidas esencialmente por yeso y escayola caracterizado porque se utiliza yeso que contiene de 0 a 40% en peso de agua y escayola, el porcentaje en peso de la escayola en la mezcla yeso-escayola está
15 comprendido entre 60 y 99%, y agua de forma que el agua de humedad del yeso y esta agua adicional representan un exceso con relación a la cantidad estequiométrica necesaria por el fraguado ulterior de mezcla comprendida entre 0 y
20 15% en peso con relación al peso total de la mezcla.

25 La ventaja del procedimiento según el presente invento es que permite, principalmente, obtener buenas cualidades mecánicas de densidad final relativamente baja, utilizando presiones de densificación bajas. Así, para obtener cualidades idénticas con índices de escayola de 30 a
30 60% en la mezcla, es preciso densificar bajo presiones más elevadas un peso total mucho más grande.

El yeso utilizado según el segundo aspecto del procedimiento del invento puede tener los mismos orígenes que se ha descrito anteriormente, y un contenido en agua comprendido preferiblemente entre 0 y 40%; es ventajoso utili-

1 zar yeso en estado pulverulento y evitar que se vuelva pastoso durante su utilización.

Su granulometría es la definida anteriormente.

5 El yeso puede sustituirse por cualquier material tal como el definido en la variante anterior.

La escayola se define como antes.

10 La mezcla yeso-escayola según el invento en su segundo aspecto es tal que el porcentaje en peso de escayola en ésta, está comprendido entre 60 y 99%. Este índice de escayola puede ajustarse principalmente en la mezcla en función del exceso de agua con el que se quiere trabajar en los límites del invento.

15 Según otra característica del presente invento en un segundo aspecto, se añade agua a la mezcla yeso-escayola de tal forma que el agua de humedad del yeso y esta agua adicional representan un exceso con relación a la cantidad estequiométrica necesaria para el fraguado ulterior de la mezcla. El agua del yeso, en forma de agua unida físicamente o adsorbida superficialmente, y el agua adicional reaccionan bajo la influencia de la presión con la escayola de la mezcla para formar sulfato de calcio dihidratado que fragua. La cantidad de agua adicional debe ser tal que este exceso esté comprendido entre 0 y 15% en peso con relación al peso total de la mezcla, y preferiblemente entre 2 y 8%.

20

25 Antes de realizar la densificación, es necesario mezclar bien el yeso y la escayola. Esta operación puede hacerse por cualquier medio conocido, por ejemplo con ayuda de un agitador de tipo turbina, hélice o ancla, o de un agitador de tornillo.

30 La adición de agua se efectuará preferiblemente después de la mezcla de al menos una parte de yeso y de es-

1 cayola, es interesante observar que es posible almacenar durante algún tiempo la mezcla antes de efectuar la adición de agua lo que constituye una ventaja suplementaria del procedimiento del invento.

5 Las presiones de densificación utilizadas son como las definidas anteriormente.

Las ventajas y las aplicaciones del procedimiento según su segundo aspecto son las mismas que se han descrito anteriormente.

10 Los materiales obtenidos presentan principalmente cualidades mecánicas elevadas y nuevas captaciones de agua muy débiles por inmersión. Así, por ejemplo, las resistencias a la flexión y a la compresión medidas sobre barras de 4 cm x 4 cm x 16 cm, 24 horas después de la densificación y
15 obtenidas con presiones de densificación inferiores a 100 kg/cm² varían en los límites siguientes:

$$25 \leq \text{Flexión en kg/cm}^2 \leq 110$$

$$50 \leq \text{Compresión en kg/cm}^2 \leq 450$$

$$\text{Dureza superficial Shore escala c} \geq 80\%$$

20 Además, por ejemplo, aumentando el peso densificado para el mismo volumen dado (4 cm x 4 cm x 16 cm) y por tanto la presión de densificación, se pueden obtener hasta 150 kg/cm² de resistencia a la flexión y hasta 600 kg/cm²
25 de resistencia a la compresión para una presión de densificación que llega hasta 300 kg/cm².

Además, la nueva captación de agua por inmersión de los materiales según el invento es muy débil; así, por ejemplo, la inmersión durante 24 horas en agua de las probetas de 4 cm x 4 cm x 16 cm no ocasiona una nueva captación de agua más que del 2 al 6% en peso y conservan más
30

1 del 60% de sus cualidades mecánicas. Si además la densidad de los materiales del invento sobrepasa 1,6, la nueva captación de agua es incluso más débil (de 2 a 3%) y las cualidades mecánicas iniciales se conservan en más del 90%.

5 Ha de observarse que la densidad final después de 24 horas de almacenamiento al aire de los materiales obtenidos según el procedimiento del invento está comprendida en general entre 1,4 y 1,7 cuando la presión de densificación ha sido inferior a 100 kg/cm^2 , y entre 1,7 y 2,0 para presiones superiores.

10 Los materiales obtenidos según el invento en su segundo aspecto pueden ser interesantes en los mismos campos que se ha descrito anteriormente.

15 El presente invento se refiere en su tercer aspecto a un procedimiento perfeccionado de preparación de cuerpos moldeados a base de escayola y agua.

20 Se entiende por escayola generalmente una mezcla de formas más o menos hidratadas de sulfato de calcio obtenidas por calcinación de yeso, y que contiene una proporción predominante de $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ semihidratado. Sin embargo, tales mezclas pueden estar constituidas de proporciones que van desde 100% de semihidrato al 100% de anhídrita reactivable. En todos los casos la cantidad de agua de cristalización es inferior a 0,5 moléculas de H_2O por molécula de sulfato de calcio, CaSO_4 .

25 El fraguado de tales mezclas se hace por fijación del agua complementaria y la obtención del dihidrato $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

30 En el pasado se han hecho diversas tentativas, para realizar puesta en presencia de la escayola con la can-

1 tidad de agua necesaria para su fraguado, evitando las cantidades excedentes necesarias a la mezcla, excedentes que exigen una operación de secado, sin proporcionar sin embargo propiedades mecánicas muy interesantes.

5 Se conoce principalmente el procedimiento de la patente francesa 1.511.233 que trata bajo presión importante una mezcla pulverulenta a base de escayola, los cuerpos obtenidos por apisonamiento son suficientemente coherentes para manipularse, y luego se someten a la acción de vapor de agua que realizará el fraguado de la escayola en yeso.

10 También se conoce el procedimiento de la patente francesa 2.098.706 que realiza la mezcla de la escayola natural o sintética con una cantidad de agua menor que la cantidad habitual, 21 a 45% en lugar de 80%, mezcla seguida de la aplicación de presiones 60 kg/cm^2 ; así se producen cuerpos cuya resistencia a la compresión está notablemente mejorada con relación al producto corriente por mezclado. (220 kg en lugar de 48), pero la utilización de tales mezclas es difícil.

20 Incluso se conoce el procedimiento de la patente francesa 2.224.263 que trata particularmente los productos húmedos y calientes que provienen de la fabricación del hemidrato alfa. Tales productos conformados bajo presión antes de su enfriamiento, aprovechan las propiedades conocidas del hemihidrato alfa que permite preparar cuerpos moldeados muy resistentes, principalmente en compresión.

25 En oposición a las patentes anteriores, la cantidad de agua utilizada aquí es inferior a la estequiométrica, dicha agua se completa por una pulverización.

30 En lo que antecede se ha descrito en procedimien-

1 tos de densificación de escayola en los que el agua necesaria para el fraguado era proporcionada por yeso que aportaba su humedad libre del material, humedad completada si era preciso. Un control estricto de las proporciones respectivas granulometrías de los materiales y de la cantidad de agua excedente permitían, en las condiciones de utilización, la obtención de materiales que tenían propiedades mecánicas muy interesantes sin ningún secado.

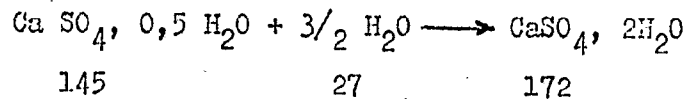
5
10 En una variante el yeso podía sustituirse por cualquier material susceptible de proporcionar el agua necesaria.

15 Prosiguiendo sus investigaciones sobre la utilización y sobre el fraguado de mezclas ricas en escayola, y sobre el modo de la puesta en contacto de la escayola seca y del agua, la Sociedad solicitante ha llegado a la preparación de cuerpos moldeados que presentan propiedades mecánicas inesperadas que hacen aptos a los cuerpos moldeados en aplicaciones variadas, principalmente como materiales portadores.

20 El procedimiento del invento en su tercer aspecto, se refiere a la preparación de cuerpos moldeados por densificación bajo presión de mezclas constituidas esencialmente por escayola y agua, entendiéndose que por escayola se designa una mezcla de diferentes hidratos de sulfato de calcio que tienen globalmente menos de media molécula de agua de cristalización por molécula de sulfato de calcio.

25
30 Se define el agua necesaria para el fraguado completo de tal escayola, estableciendo para cada escayola la relación en peso de la cantidad de agua necesaria en el fraguado a la cantidad de escayola, llamándose esta relación Rs o relación estequiométrica:

1 Por ejemplo para una escayola constituida por 100 % de hemihidrato.



5 la relación estequiométrica R_s es $27/145 = 0,186$.

Para 100% de anhidrita III, R_s será $36/136 = 0,265$.

A cada escayola corresponde pues una R_s que tiene en cuenta la composición de los diferentes hidratos y de las materias inertes. Según el invento, el intervalo en el que se fijará la relación agua/escayola (e/P) será:

$$R_s \leq \frac{e}{P} \leq \frac{(0,15 + R_s)}{0,88}$$

15 Se expresa así que se debe trabajar con un exceso de agua con relación a la estequiometría de la escayola considerada y que este exceso de agua, en % por ciento en peso con relación al peso total densificado, debe estar comprendido entre 0 y 12%:

$$0 \leq \frac{e - R_s P}{P + e} \leq 0,12$$

20 e = peso de agua de humidificación

P = peso de escayola

R_s = relación estequiométrica agua-escayola para la escayola considerada.

25 Según el invento en su tercer aspecto, se utiliza una escayola sensiblemente seca en la que la superficie Blaine está comprendida entre 500 y 15000 cm^2/g y la granulometría entre 10 y 1000 micras, la relación estequiométrica está comprendida entre 0,186 y 0,265, y se elige una cantidad de agua en exceso sobre la relación estequiométrica, tal que el exceso esté comprendido entre 0 y 12%; se mezcla in-

1 tímicamente la escayola y la cantidad de agua elegida, se co-
loca la mezcla obtenida en un molde, se aplica una presión
tal que el fraguado de la escayola se realice en un tiempo
muy corto, y se obtiene una pieza moldeada que presenta
5 propiedades de resistencia mecánicas elevadas y que no ne-
cesitan secado.

Se elige ventajosamente una escayola cuya superfi-
cie Blaine esté entre 600 y 12000 cm^2/g , y se elige prefe-
riblemente una superficie Blaine entre 2000 y 5000 cm^2/g .

10 Las escayolas utilizadas en el procedimiento del
invento en su tercer aspecto, provienen de la calcinación
de yesos de cualquier origen, por ejemplo yeso natural o
incluso yeso sintético que provenga principalmente:

- 15 - de la fabricación industrial de ácidos por ataque
de una sal de calcio por ácido sulfúrico, entre
estas fabricaciones se pueden citar las del ácido
fosfórico por ataque del fosfato de calcio por áci-
do sulfúrico, la del ácido fluorhídrico por ataque
de la fluorina con ácido sulfúrico, la del ácido
bórico y de los ácidos orgánicos como el ácido cí-
trico, tartárico.
- 20 - de la fabricación del carbonato de sodio o del
rayón,
- de la preparación de fenoles y del ácido húmico
por acción del ácido sulfúrico sobre el oxalato
25 de calcio residual,
- de la neutralización de los efluentes industria-
les ácidos principalmente por cal o carbonato de
calcio:

30 Estos efluentes ácidos pueden tener orígenes diver-
sos como por ejemplo la fabricación industrial del óxido

1 de titanio por vía sulfúrica, los procedimientos de decapado en la fabricación del acero, los procedimientos de refinamiento, de los sulfatos de cobre o de zinc.

5 La granulometría de las escayolas utilizadas, como se ha dicho, está comprendida generalmente entre 10 y 1000 micras, y se elige con ventaja en este intervalo una repartición granulométrica tal que la parte más grande de las partículas tenga una dimensión comprendida entre 20 y 600 micras. Se elige preferiblemente una repartición granulométrica tal que la parte más grande de las partículas tenga una dimensión comprendida entre 20 y 100 micras, tal repartición granulométrica considerada como estrecha está presente principalmente en las escayolas que provienen de la calcinación de fosfoyeso.

15 Puede utilizarse según el tercer aspecto del invento diversas escayolas a base de sulfato de calcio semihidratado alfa o a base de sulfato de calcio semihidratado beta. Estas escayolas pueden contener proporciones variadas de anhídrita II y anhídrita III, así como cantidades pequeñas de materiales inertes o de yeso no calcinado.

20 Se utiliza con ventaja en el tercer aspecto del procedimiento del invento escayolas que contienen una cantidad predominante de semihidrato beta. El procedimiento del invento de una forma sorprendente, permite fabricar así cuerpos moldeados que presentan propiedades de resistencia mecánica del mismo orden que la de los cuerpos preparados hasta ahora solamente con la ayuda de semihidrato alfa. Es así como se obtienen gracias a la utilización de semihidrato beta en el procedimiento del invento, resistencias a la compresión de varios centenares de kg por cm².

1 En la utilización del procedimiento del invento en su tercer aspecto, se prepara la mezcla de escayola prácticamente seca y agua, con ayuda de cualquier mezclador, por adición cuidadosa de toda la cantidad de agua requerida; se
5 trabaja preferiblemente por pulverización. Se trabaja a temperatura ambiente, por ejemplo entre 0 y 50°C, o entre 20 y 50°C, porque la mezcla se calienta ligeramente con agitación y humidificación.

10 Aunque la cantidad de agua definida antes representa las condiciones más favorables según el invento, incluso se puede elegir una cantidad de agua ligeramente por debajo de la estequiométrica y hasta 15% por encima de la estequiométrica, y obtener materiales utilizables.

15 Según el invento, se prefiere una cantidad de agua elegida entre 2 y 8% por encima de la estequiométrica. La mezcla húmeda queda pulverulenta y después que se realiza la mezcla se coloca el polvo húmedo en el molde.

20 Generalmente se aplica una presión comprendida entre 30 y 700 kg/cm², y más a menudo, entre 30 y 250 kg/cm². El límite inferior de presión necesaria para densificar está asociado a la densidad del material elegido, en un mínimo del orden de 1,4, mientras que el límite superior es del orden de 2,3.

25 Se utiliza una velocidad de descenso del pistón que puede ir según las dimensiones de las piezas y las densidades aparentes de los polvos humidificados, entre 0,1 y 50 cm por segundo.

30 El tiempo de aplicación de la presión necesaria es muy corto, y los cuerpos obtenidos son inmediatamente manipulables.

1 Esta rapidez constituye una ventaja del procedimiento del invento.

Otra ventaja es que los productos obtenidos no necesitan secado.

5 El procedimiento permite la adición de coadyuvantes principalmente los productos hidrófugos tales como flor de azufre, siliconas en polvo o en emulsión en agua, productos reforzantes tales como cal, sulfato de aluminio, cargas, etc.

10 Según una variante ventajosa del procedimiento del invento, se pueden introducir cargas inertes tales como grava o caolín, eligiendo entonces una cantidad de agua del orden de 15% en exceso sobre la estequiométrica.

15 Los materiales obtenidos por el procedimiento del invento presentan cualidades mecánicas elevadas. Se obtienen principalmente resistencias a la compresión que van de 70 kg/cm² a más de 600 kg/cm² y resistencias a la flexión que van de 30 a más de 120 kg/cm² según la densidad final obtenida por densificación.

20 Los materiales obtenidos son utilizables en campos muy numerosos. Principalmente son susceptibles de sustituir o bien elementos de escayola o bien elementos de hormigón o de ladrillos.

25 La sustitución de los elementos conocidos de escayola por los materiales del invento aporta las ventajas siguientes:

- una aplicación y cualidades menos asociadas a la procedencia y a las características de la escayola,

- economía de la energía de secado: el exceso de agua de trabajo, inferior al 12%, según el invento permite

1

obtener sistemáticamente menos del 5% de humedad después de dejar 24 horas en las condiciones ambientales, sin ninguna operación de secado,

5

- un contenido en agua muy mejorado, tanto más cuanto más elevada sea la densidad final.

Estos materiales pueden además cumplir funciones portadoras, que no eran cumplidas hasta ahora por los elementos de escayola.

10

En la sustitución de los elementos de hormigón o de tierra cocida los materiales del invento presentan cualidades equivalentes o mejores, como la resistencia a la flexión, y ventajas suplementarias como el cabado, que permite el montaje rápido sin lecho de mortero y sin un recubrimiento sobre las caras, el aislamiento y otras ventajas.

15

Es particularmente ventajoso elegir una escayola que provenga de la calcinación del yeso producido conjuntamente en la fabricación de ácido fosfórico por uno de los procedimientos descritos en las patentes francesas 1.125.849, 1.181.150, 1.327.693; siendo este subproducto purificado eventualmente según el procedimiento de una de las patentes francesas 1.601.411 y 75/12 923 y calcinado según el procedimiento de una de las patentes francesas 1.601.411, 75/16119 o 2.257.326.

20

25

Los ejemplos siguientes ilustran los diversos aspectos del invento sin limitar el alcance.

Los ensayos se han realizado utilizando moldes que dan probetas de dimensión 4 cm x 4 cm x 16 cm o baldosas de 400 cm² de superficie y de altura que varía entre 15 y 20 cm.

30

Se ha trabajado generalmente de la forma siguiente:
- en un agitador de ancla se ha colocado el yeso

- 1 húmedo durante 30 segundos,
- se ha añadido con agitación a gran velocidad la escayola,
 - se ha colocado la mezcla en el molde elegido,
- 5 sin comprimir, ni vibrar,
- se ha comprimido la mezcla hasta el volumen final deseado, esta operación dura aproximadamente 15 segundos, y necesita la aplicación de una presión inferior o igual a 100 kg/cm^2 en general,
- 10 - inmediatamente después, se ha desmoldeado la probeta,
- se ha dejado 48 horas el material así moldeado al aire libre,
 - y luego se ha medido.
- 15
- . la dureza SHORE escala C.
 - . la resistencia a la flexión
 - . la resistencia a la compresión
 - . la densidad final.

EJEMPLO 1

20 Este ejemplo ilustra la influencia del peso de la mezcla densificada para un volumen final dado.

Se utiliza un fosfoyeso que proviene del ataque de un fosfato de Togo, este fosfoyeso ha sido neutralizado y luego filtrado y se utiliza tal como se presenta en la torta de filtración. Sus características son las siguientes:

25 humedad 25% en peso, superficie Blaine (medida hasta la sequedad) $2250 \text{ cm}^2/\text{g}$ y granulometría tal que el porcentaje de partículas inferiores a 30 micras es de 15%.

La escayola utilizada que proviene de la calcinación del fosfoyeso anterior, presenta un pH de 5,8, su pér-

1 dida infrarroja es de 5,6%, su superficie Blaine de 3200 cm^2/g y su granulometría es tal que el porcentaje de partículas inferiores a 30 micras es del 34%.

5 La mezcla se efectúa en proporciones respectivas de 52,5% de escayola y 47,5% de fosfoyeso.

Se coloca un peso variable de la mezcla en un molde de 4 x 4 x 16 y se densifica hasta un volumen final de 256 cm^3 .

Los resultados obtenidos son los siguientes:

10

	Peso de la mezcla densificada (en g)		
	400	435	470
15 Presión necesaria en la densificación (kg/cm^2)	88	153	244
Densidad final	1,49	1,62	1,75
Resistencia a la flexión (kg/cm^2)	37,5	42,5	50
20 Resistencia a la compresión (kg/cm^2)	115	140	165
Dureza Shore escala C.	95	97	100

25

Parece que la presión necesaria en la densificación y la densidad final aumenta mucho más rápido que las cualidades cuando se aumenta el peso de la mezcla densificada.

EJEMPLO 2

Este ejemplo ilustra la influencia del porcentaje en peso de la escayola en la mezcla.

30

Con el yeso y la escayola del Ejemplo I, se rea-

1 liza la mezcla y la densificación a peso constante e igual
 a 400 g para 256 cm³, haciendo variar la proporción de es-
 cayola. Como la humedad del yeso permanece constante, re-
 sulta una variación del exceso de agua teórica con relación
 5 a la estequiométrica de la reacción de hidratación semihid-
 ratada en yeso.

Para 23% de escayola, el exceso de agua es de 15%

Para 42% de escayola, el exceso de agua es de 6,7%

Para 52,5% de escayola, el exceso de agua es de

10 2,14%

Los resultados obtenidos son los siguientes:

	% en peso de escayola en la mezcla		
	23	42	52,5
15 Presión necesaria en la den- sificación (kg/cm ²)	60	75	88
Densidad final	1,38	1,45	1,49
20 Resistencia a la flexión (kg/cm ²)	6	23	37,5
Resistencia a la compresión (kg/cm ²)	16	70	115
Dureza Shore escala C.	65	90	95

25 Parece que para un yeso de humedad dada (aquí 25%)
 el porcentaje en peso de la escayola influye por tanto fuer-
 temente en las cualidades: para alcanzar cualidades correc-
 tas sin elevadas presiones de densificación y fuerte densi-
 dad final este porcentaje debe ser superior al 30% y prefe-
 30 riblemente comprendido entre 40 y 60%.

1 EJEMPLO 3

Este ejemplo ilustra la influencia del contenido en agua del yeso en la mezcla.

5 Se utiliza un fosfoyeso que proviene del ataque de un fosfato de origen marroquí, este fosfoyeso presenta una superficie Blaine de $2100 \text{ cm}^2/\text{g}$ y una granulometría tal que el porcentaje de partículas inferiores a 30 micras es 15%, la humedad de este yeso es variable y se da a continuación.

10 La escayola utilizada proviene de la calcinación del fosfoyeso descrito antes, sus características son las siguientes: pH = 4,4, superficie Blaine $3100 \text{ cm}^2/\text{g}$, porcentaje de partículas inferiores a 30 micras 25%, pérdida por infrarrojos 5,7%.

15 Se prepara la mezcla a partir de 212,5 g de escayola y de 212,5 g de yeso calculado en el estado seco $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Como el yeso es húmedo, se añade a los pesos anteriores una cantidad de agua variable según la humedad del yeso y en consecuencia se utiliza un exceso de agua variable con relación a la estequiometría de la reacción de hidratación de semi-hidrato en yeso.

20 Relación en peso de la mezcla cuando:
la humedad del yeso es de 15%, el exceso de agua es 2%
la humedad del yeso es de 22,5%, el exceso de agua es de 4%
la humedad del yeso es de 29,1%, el exceso de agua es de 10%

25 Se densifican 400 g de esta mezcla hasta un volumen final de 256 cm^3 .

Los resultados obtenidos son los siguientes:

30

120178

1		Humedad del yeso (en peso)		
		15 %	22,5 %	29,1 %
5	Presión necesaria en la densificación (en kg/cm ²)	100	80	65
	Densidad final	1,80	1,46	1,40
	Resistencia a la flexión (en kg/cm ²)	12	50	30
10	Resistencia a la compresión (en kg/cm ²)	30	92	70
	Dureza Shore escala C.	65	91	87

15 Cuando se utiliza un defecto de agua (yeso al 15% de humedad) los resultados son desfavorables. Además, si se utiliza un fuerte exceso de agua (por encima del 15% del peso total) se degradan mucho las cualidades mecánicas, aunque esta humedad sea favorable para presiones de densificación bajas y densidades finales bajas de los productos.

EJEMPLO 4

20 Este ejemplo ilustra la influencia de la superficie Blaine de la escayola sobre la mezcla.

Se utiliza un fosfoyeso idéntico al descrito en el Ejemplo 1 y una escayola de la misma procedencia que la del Ejemplo 1, pero esta escayola se utiliza o bien

- 25
- tal cual, presenta entonces las características siguientes, superficie Blaine 3200 cm²/g, porcentaje de partículas inferiores a 30 micras 15%, densidad aparente 0,718,
 - triturada, presenta entonces las características siguientes, superficie Blaine 6400 cm²/g, porcen-
- 30

1

taje de partículas inferiores a 30 micras 52%,
densidad aparente 0,675,

5

- mezcla 50/50 de tal cual triturada, presenta entonces las características siguientes: superficie Blaine 4300 cm^2/g , densidad aparente 0,690.

Se densifican 400 g de la mezcla escayola-yeso húmedo hasta un volumen final de 256 cm^3 ; la escayola representa 52,5% en peso de la mezcla y el yeso 47,5%, siendo el índice de humedad de este yeso de 25%.

10

Los resultados obtenidos son los siguientes:

15

	Superficie Blaine de la escayola cm^2/g		
	3200	4300	6400
Presión de densificación (kg/cm^2)	88	80	96
Densidad final	1,49	1,49	1,49
Resistencia a la flexión (kg/cm^2)	37,5	34	40
Resistencia a la compresión (kg/cm^2)	115	81	130
Dureza Shore Escala C	95	90	100

20

25

Parece que cuanto mayor es la repartición granulométrica, menos elevada es la presión necesaria en la densificación, pero son menos buenas las cualidades (mezcla a 4300 de superficie Blaine). Por el contrario, cuanto más fina y estrecha es la granulometría (6400 de superficie Blaine) mejores son las cualidades.

30

EJEMPLO 5

1

Este Ejemplo ilustra la influencia de la superficie Blaine del yeso en la mezcla.

5

Se utiliza un fosfoyeso que proviene del ataque de un fosfato de Togo que presenta las características siguientes:

10

- humedad 26% en peso,
- superficie Blaine en los dos casos: primer caso, 2250 cm^2/g con 15% de partículas inferiores a 30 micras; segundo caso 7200 cm^2/g con 60% de partículas inferiores a 30 micras.

15

La escayola utilizada proviene de la calcinación del fosfoyeso anterior, sus características son las siguientes: superficie Blaine 2050 cm^2/g , granulometría tal que el porcentaje de partículas inferiores a 30 micras es del 12%.

La mezcla se efectúa en proporciones en peso 50-50 de escayola y de fosfoyeso.

Se han realizado los ensayos, por una parte densificando 400 g de la mezcla en 256 cm^3 y, por otra parte 440 g de la mezcla en 256 cm^3 .

20

Los resultados obtenidos son los siguientes:

25

	Superficie Blaine del yeso en cm^2/g .		
	2250	7900	7900
	-----		-----
	Peso de la mezcla densificada 400 g		Peso de la mezcla densificada 440 g
Presión necesaria en la densificación (kg/cm^2)	96	58	96
Densidad final	1,47	1,47	1,60

30

(continua)

1

(continuación)

5

	Superficie Blaine del yeso en cm^2/g .		
	2250	7900	7900
	Peso de la mezcla densificada 400 g		Peso de la mezcla densificada 440 g
Resistencia a la flexión (kg/cm^2)	43	33	50
Resistencia a la compresión (kg/cm^2)	137	65	170
Dureza Shore escala C	94	91	98

10

15

Parece que un aumento de la superficie Blaine del yeso conduce a una bajada de la presión de densificación pero igualmente a una bajada de las cualidades mecánicas para un peso de la mezcla densificada idéntico. Pero, si se aumenta el peso de la mezcla densificada las cualidades obtenidas aumentan sin que la presión sea demasiado elevada.

EJEMPLO 6

20

Los ensayos siguientes se han realizado utilizando moldes que dan probetas de dimensión 4 cm x 4 cm x 16 cm.

25

Se ha trabajado de la forma siguiente: en un agitador de ancla se ha colocado fosfoyeso que proviene del ataque de un mineral de Togo, este fosfoyeso presenta una humedad del 21%, sus características son que no ha sido triturado y que su granulometría está comprendida entre 15 y 100 micras, estando centrada la curva granulométrica en 45 micras. Se ha añadido a este fosfoyeso la escayola que proviene de la calcinación de éste cuyas características son las siguientes: presenta una pérdida al fuego de 5,8, su granulometría está comprendida entre 15 y 80 micras y cen-

30

120178

1 trada sobre 40 micras. Se pone en marcha el agitador, y se
añade el agua gota a gota, de forma que el agua de humedad
del yeso más el agua añadida representan un exceso de agua,
5 con relación a la cantidad estequiométrica necesaria para
la hidratación de la escayola, sea de 2,6%, 10,3%, 7,6%,
8,2% y 2,7% en peso con relación al peso de la mezcla yeso
+ escayola. Después que se ha terminado la adición, se co-
loca la mezcla en el molde y se densifica. Después de des-
moldeo, se dejan las probetas 48 horas a temperatura ambien-
10 te y se miden las características.

Los resultados obtenidos se reseñan en la Tabla
siguiente:

15

20

25

30

1

5

10

15

20

25

30

120178

	ENSAYO 1	ENSAYO 2	ENSAYO 3	ENSAYO 4	ENSAYO 5
<u>CARACTERÍSTICAS DE LA MEZCLA</u>					
- peso densificado para 256 cm ³ final (en g)	407	410	420	433	500
- presión de densificación (en kg/cm ²)	96	85	83	80	144
- porcentaje en peso con relación a la mezcla:					
• escayola.	67	60	74,5	74	80
• Yeso	21,7	23	4,8	5	2,2
• agua adicional	10,8	17	20,7	21	2,8
• exceso de agua	2,6	10,3	7,6	8,2	2,7
<u>CARACTERÍSTICAS DE LAS PROBETAS A LAS 48 HORAS</u>					
- densidad	1,53	1,6	1,67	1,54	1,85
- resistencia a la flexión (en kg/cm ²)	80	78	85	110	110
- resistencia a la compresión (en kg/cm ²)	245	220	270	250	490
- Dureza Shore escala C.	98	100	100	100	100

1 El interés del procedimiento según el invento apa-
rece claramente: permite obtener excelentes cualidades me-
cánicas para una densidad final de los materiales relativa-
mente baja utilizando presiones de densificación pequeñas.

5 EJEMPLO 7

10 En todos los ensayos 1 a 8 de este Ejemplo, que
ilustra el tercer aspecto del procedimiento del invento, se
ha realizado la mezcla en un agitador planetario. Se coloca
la escayola en el mezclador y durante la agitación se aña-
den lentamente el agua a la temperatura ambiente, por pul-
verización; se prosigue la agitación un minuto después de
terminar la adición de agua, y sin pérdida de tiempo se co-
loca un peso elegido de la mezcla, coincidiendo con la di-
mensión del molde, aquí fue 2 cm x 4 cm x 16 cm. Se densi-
fica hasta un volumen final de 4 cm x 4 cm x 16 cm = 256 cm³,
15 se mide la presión necesaria. El pistón desciende aquí a
una velocidad de 1 cm/segundo. No se deja ningún tiempo de
aplicación de la presión y se desmoldea inmediatamente. Se
deja la probeta a la temperatura ambiente durante 48 horas
20 y se mide a continuación según los métodos normalizados sus
cualidades (resistencia a la flexión, resistencia a la com-
presión, expresadas en kg/cm², y que se denominan respecti-
vamente "flexión" y "compresión") así como su densidad.

25 Se ha llevado en la tabla siguiente las condicio-
nes de trabajo y los resultados obtenidos.

ENSAYO 1

30 Se utiliza una escayola preparada por calcinación
en lecho fluido por calentamiento indirecto, realizada se-
gún el procedimiento de la solicitud de patente francesa
75/16119 a partir de un yeso producido conjuntamente de una

1 fabricación de ácido fosfórico a partir de un mineral de Togo y de ácido sulfúrico.

5 Esta escayola tiene una superficie Blaine de 2250 cm^2/g y la mayor parte de las partículas tienen una dimensión entre 30 y 100 micras y solamente el 5% de las partículas tienen una dimensión superior a 125 micras. Contienen 80% de semihidrato beta, 18% de anhidrita III y 1% de yeso, así como 1% de materia no rehidratable como sílice, etc.

10 La estequiometría es de 19,65 g de agua por 100 g de esta escayola.

Se mezclan 390 g de escayola y 68,8 g de agua, siendo la cantidad estequiométrica de 76,6 g de agua por tanto el defecto de agua es aquí de 1,7% con relación al peso total densificado.

15 Se aplican 128 kg de presión y se obtiene un material de densidad 1,72 cuyas resistencias son respectivamente: a la flexión 39 kg/cm^2 , a la compresión 309 kg/cm^2 .

ENSAYOS 2, 3 y 4 se utiliza la misma escayola que en el ensayo 1 anterior.

20 ENSAYO 5

Se utiliza una escayola de prefabricación de origen natural cuya superficie Blaine es 1850 cm^2/g y cuyo 60% de partículas tienen una dimensión superior a 125 micras. Contiene: 70% de semihidrato en forma beta, anhidrita III: 12%, anhidrita II: 8%, inertes: 10%. La estequiometría es de 18,31 g de agua por 100 g de esta escayola. Se mezcla 516 g de escayola y 84 g de agua; la estequiometría exigiría 94,48 g de agua, por tanto el defecto de agua es aquí de 1,75% para el peso total densificado.

30 Se aplican 620 kg de presión y se obtiene un mate-

1 rial de densidad 2,25, flexión 35 kg/cm², compresión 470 kg/cm².

5 Los materiales de los ensayos 1 y 5 se han obtenido con un defecto de agua $e/P \leq R_s$, requieren presiones de densificación relativamente elevadas; no tienen más que una resistencia a la flexión media, a pesar de su densidad final importante. Presenta sin embargo excelentes resistencias a la compresión.

10

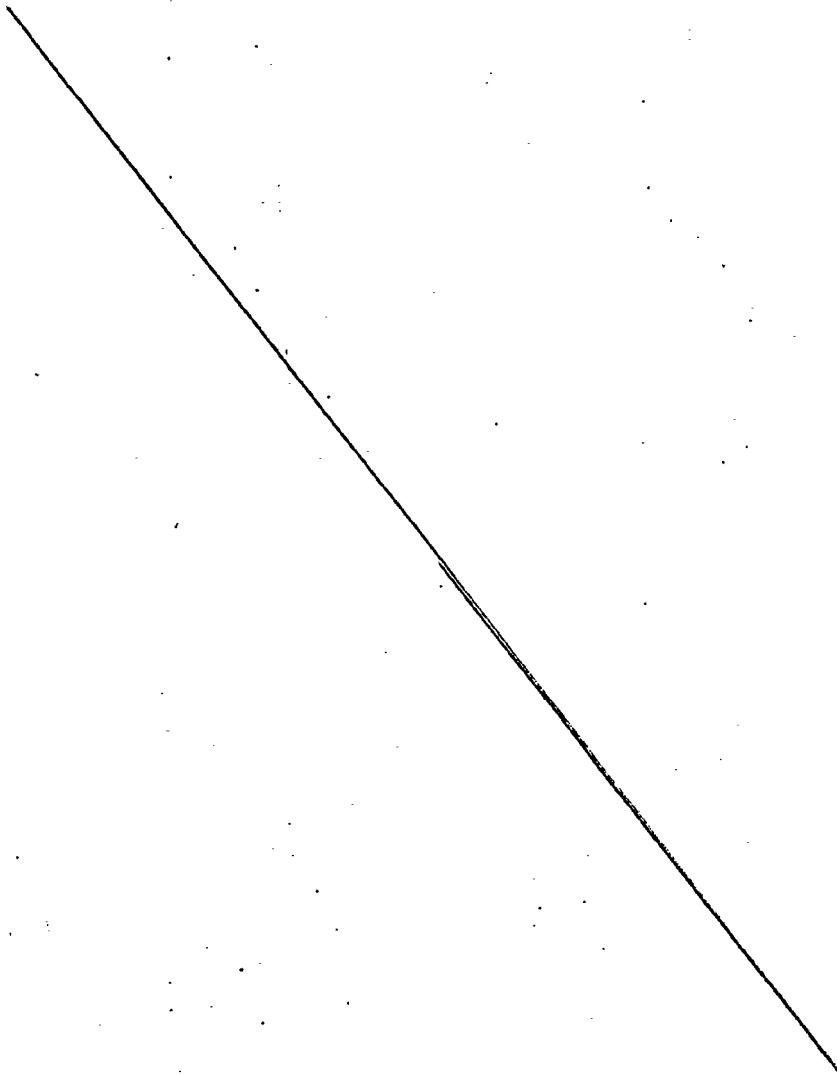
15

20

25

30

120178



1

5

10

15

20

25

30

120178

	1	2	3	4	5	6	7	8
Peso de la escayola (g)	390	370	370	320	516	446	419	420
Peso del agua (g)	68,8	96,7	123	69,5	84	94	121	73
Cantidad estequiométrica (agua en g)	76,6	72,7	72,7	62,9	94,5	81,8	76,7	76,9
Exceso o defecto del agua (% en total)	-1,7	+5,1	+10,2	+1,7	-1,75	+2,27	+8,2	0,8
Presión (kg/cm ²)	128	96	80	60	620	145	112	25
Densidad final	1,72	1,68	1,66	1,43	2,25	2,0	1,91	1,5
Flexión (kg/cm ²)	39	104	64	55	35	69	83	31
Compresión (kg/cm ²)	309	358	290	160	470	390	320	70

1 Los materiales de los ensayos 2, 3 y 4 obtenidos a
partir de una escayola sintética poseen las características
preferidas según el tercer aspecto del invento, superficie
Blaine y repartición granulométrica, que poseyendo diferen-
5 tes propiedades mecánicas a la vez a la flexión y a la com-
presión, para densidades relativamente pequeñas y presiones
de densificación muy moderadas.

 Los materiales de los ensayos 6, 7 y 8 se obtienen
también a partir de la misma escayola natural que en el en-
10 sayo 5 anterior. No exigen más que presiones de densifica-
ción pequeñas. Los materiales de los ensayos 6 y 7 tienen
propiedades muy interesantes de flexión y compresión, nece-
sitan sin embargo un consumo más importante de materia que
los materiales de las cualidades equivalentes obtenidas a
15 partir de yeso sintético.

EJEMPLOS 8, 9, 10

 Como comparación, se realiza la misma aplicación
que en el ensayo del Ejemplo 7 anterior pero trabajando en-
tre 60 y 70°C en lugar de a la temperatura ambiente. La es-
20 cayola utilizada es la misma que en el Ejemplo 7. Está cons-
tituida en gran parte por semihidrato beta.

 Se obtiene, a pesar de la temperatura, el fraguado
de esta escayola bajo densificación y la producción de pie-
zas moldeadas.

25 Después del desmoldeado se colocan las probetas
varias horas en atmósfera húmeda saturada, con el fin de com-
pletar su fraguado; y luego las probetas se dejan 48 horas a
la temperatura ambiente y se efectúan entonces las medidas
de flexión, compresión y densidad.

1

La comparación de los ensayos 8 con los ensayos del Ejemplo anterior 7, realizados a temperatura ambiente, muestran que los resultados en las propiedades mecánicas son inferiores. Se observa, además, una pérdida de peso notable en atmósfera húmeda, que no compensa el defecto de agua.

5

10

En los ensayos 9 y 10 una proporción importante de las probetas se rajan o rompen, lo que confirma la débil resistencia a la flexión; las probetas tienen un aspecto pulverulento al desmoldearse; los de los ensayos 10 quedan pulverulentos después de la estancia en atmósfera húmeda y el secado de 48 horas a la temperatura ambiente.

15

20

25

30

1

REIVINDICACIONES

5

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

1ª.- Procedimiento de densificación bajo presión de mezclas constituidas esencialmente por escayola y un material que aporta agua tal como yeso húmedo y/o agua, caracterizado porque se utiliza una escayola cuya superficie BLAINE está comprendida entre 500 y 15000 cm²/g, estando comprendido el porcentaje en peso de escayola en la mezcla entre 30% y 100%, el exceso de agua con relación a la cantidad estequiométrica necesaria para el fraguado ulterior de la mezcla está comprendido entre 0 y 15% del peso total de la mezcla, se mezcla íntimamente la escayola, el material que aporta el agua y el agua, se coloca la mezcla en un molde, se aplica una presión tal que el fraguado de la escayola se realice en un tiempo muy corto, se obtiene un cuerpo moldado sin secado y que presenta propiedades de resistencias mecánicas elevadas.

15

20

25

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se utiliza un exceso de agua con relación a la cantidad estequiométrica necesaria para el fraguado ulterior de la mezcla, comprendido entre 2 y 8% del peso total de la mezcla.

30

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca-

120178

1 racterizado porque el exceso de agua con relación a la can-
tidad estequiométrica necesaria para el fraguado ulterior de
la mezcla se proporciona por yeso húmedo que contiene de 15
5 a 40% en peso de agua y cuya superficie Blaine está compren-
dida entre 200 y 10000 cm^2/g , eligiéndose la relación en pe-
so de escayola/yeso húmedo de forma que el exceso de agua
esté comprendido entre 0 y 15% del peso total de la mezcla.

10 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado porque el exceso de agua con relación a la can-
tidad estequiométrica necesaria para el fraguado ulterior
de la mezcla se proporciona por el yeso que contiene de 0 a
40% en peso de agua y por el agua, estando comprendido el
porcentaje en peso de escayola en la mezcla yeso-escayola
entre 60 y 99%.

15 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado porque se preparan cuerpos moldeados por densi-
ficación bajo presión de mezclas constituidas esencialmente
de escayola y agua, designando por escayola una mezcla de
diferentes hidratos de sulfato de calcio que tengan global-
20 mente menos de media molécula de agua de cristalización por
molécula de sulfato de calcio y se elige la cantidad de
agua necesaria para el fraguado ulterior de la escayola en
exceso sobre la cantidad estequiométrica de 0 a 12% en peso
total de la mezcla.

25 6ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado porque la escayola utilizada se elige en el gru-
po constituido por sulfato de calcio semihidratado alfa y
sulfato de calcio semihidratado beta.

30 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 6ª, ca-
racterizado porque la escayola utilizada contiene además

1 en proporciones muy variadas, al menos uno de los constitu-
yentes elegidos en el grupo que comprende: sulfato de cal-
cio anhidrita II, sulfato de calcio anhidrita III, yeso.

5 8ª.- Procedimiento según la reivindicación 6ª, ca-
racterizado porque la escayola utilizada contiene casi 100%
de sulfato de calcio anhidrita III soluble.

9ª.- Procedimiento según la reivindicación 6ª, ca-
racterizado porque la escayola utilizada contiene hasta 15%
en peso de yeso.

10 10ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado porque la escayola utilizada tiene una superfi-
cie Blaine comprendida entre 2500 y 7000 cm^2/g .

15 11ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado porque la escayola utilizada tiene una superfi-
cie Blaine comprendida entre 600 y 12000 cm^2/g .

12ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado porque la escayola utilizada tiene una superfi-
cie Blaine comprendida entre 2000 y 5000 cm^2/g .

20 13ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado porque se elige una escayola obtenida por calci-
nación de yeso natural.

14ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado porque se elige una escayola obtenida por calci-
nación de yeso sintético.

25 15ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado porque la escayola utilizada es de origen de
fosfoyeso.

30 16ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca-
racterizado porque la escayola utilizada tiene una reparti-
ción granulométrica tal, que la parte más grande de las par-

1 tículas tienen una dimensión comprendida entre 20 y 600 micras.

5 17ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la escayola utilizada tiene una repartición granulométrica tal que la parte más grande de partículas tienen una dimensión comprendida entre 20 y 100 micras y una curva granulométrica centrada alrededor de 40 micras.

10 18ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el yeso contiene de 0 a 40% en peso de agua.

19ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el yeso contiene de 15 a 40% en peso de agua.

15 20ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el yeso contiene de 25 a 35% en peso de agua.

21ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el yeso utilizado tiene una superficie Blaine comprendida entre 200 y 10000 cm^2/g .

20 22ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el yeso utilizado tiene una superficie Blaine comprendida entre 200 y 6000 cm^2/g .

25 23ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el yeso utilizado tiene una superficie Blaine comprendida entre 1000 y 4000 cm^2/g .

30 24ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el yeso está sustituido en su totalidad o en parte por un material húmedo elegido en el grupo constituido por las fibras naturales húmedas, vermiculita húmeda, arena, sulfato ferroso húmedo, y cualquier otro mineral

1 en polvo húmedo.

25ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la presión de densificación utilizada está comprendida entre 30 y 250 kg/cm².

5 26ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la presión de densificación utilizada está comprendida entre 30 y 100 kg/cm².

27ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la presión de densificación utilizada está comprendida entre 30 y 700 kg/cm².

10 28ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la presión de densificación utilizada está comprendida entre 50 y 250 kg/cm².

15 29ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se efectúa una predensificación de la mezcla de yeso húmedo-escayola.

30ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el tiempo de aplicación de la presión está comprendido entre 15 y 90 segundos.

20 31ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se aplica una velocidad de densificación entre 0,1 y 50 cm/segundos.

25 32ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque, si el yeso utilizado está seco o insuficientemente húmedo se procede a una adición de agua directamente al yeso antes de la mezcla con la escayola.

30 33ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque, si el yeso utilizado está seco o insuficientemente húmedo se procede a una adición de agua después de haber mezclado el yeso seco o insuficientemente húmedo

1 y la escayola al nivel del molde inmediatamente antes de
la densificación.

5 34a.- Procedimiento según la reivindicación 1a, ca-
racterizado porque se mezcla íntimamente la escayola, una
carga inerte y una cantidad de agua en exceso sobre la can-
tidad estequiométrica que puede alcanzar 15% del peso to-
tal de la mezcla.

10 35a.- Procedimiento según la reivindicación 1a, ca-
racterizado porque se añade a la mezcla al menos uno de los
coadyuvantes elegidos en el grupo constituido por agentes
hidrófugos, agentes reforzantes, agentes neutralizantes,
polímeros y diversas cargas.

15 36a.- Procedimiento de densificación bajo presión
de mezclas constituidas esencialmente por escayola y un ma-
terial que aporta agua.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antece-
de y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cuarenta y ocho hojas escri-
tas a máquina por una sola cara.

Madrid, 05. MAY 1978

P.A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder

