



ESPAÑA

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

18 ES

11

NUMERO

477.276

19 A2

21

22

FECHA DE PRESENTACION

30-1-1979

1^{er}. CERTIFICADO DE ADICION

A2 477.276 790616 C 04 B 13/14

50 PRIORIDADES:		
51 NUMERO	52 FECHA	53 PAIS
78/2598	31-1-1978	Francia

47 FECHA DE PUBLICIDAD	54 CLASIFICACION INTERNACIONAL	61 PATENTE A LA CUAL SE ADICIONA
	C 04 B / E 04 C	No. 466.766

54 TITULO DE LA INVENCIÓN
"Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal No. 466.766, presentada el 8 de Febrero de 1978 por: "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 (A ²))

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
22, Avenue Montaigne, 75-París 8 ^{ème} , Francia

72 INVENTOR (ES)
Michel DELEUIL

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-70.862)

jga

1

La presente invención concierne a un nuevo material de construcción para la edificación.

5

La invención concierne, con mayor precisión, a un material densificado, preparado a partir de una mezcla de yeso y escayola, que presenta excelentes propiedades mecánicas e hidrófugas, a su procedimiento de preparación y a su utilización en la edificación, como material portador.

10

La presente invención concierne a un desarrollo del procedimiento de densificación de mezclas de yeso húmedo y escayola, descrito en la patente española principal nº 477.276.

15

En la patente española principal nº 477.276, la solicitante describe especialmente un procedimiento de densificación bajo presión, de mezclas constituidas esencialmente por yeso húmedo y escayola, caracterizado porque se emplea una escayola, cuya superficie Blaine está comprendida entre 500 y 15.000 cm^2/g , un yeso húmedo que contiene entre 15 y 40 % en peso de agua y cuya superficie Blaine está comprendida entre 200 y 10.000 cm^2/g , estando comprendido el porcentaje en peso de la escayola en la mezcla de yeso y escayola entre 30 y 60%, y siendo tal la relación en peso de escayola/yeso húmedo que 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.

25

En la patente española nº 466.766, la solicitante describe un perfeccionamiento del procedimiento, en el cual se emplea yeso que contiene de 0 a 40% en peso de agua, escayola, estando comprendido el porcentaje en peso de escayola en la mezcla de yeso y escayola, entre 60 y 99%, y agua, de manera que el agua de la humedad del yeso y el agua adi-

30

1 cional representan un exceso con relación a la cantidad estequiométrica necesaria para el fraguado ulterior de la mezcla, comprendido entre 0 y 15% en peso con relación al peso total de la mezcla.

5 Los materiales obtenidos mediante el empleo del procedimiento de densificación de la patente española principal nº 466.766, presentan propiedades mecánicas análogas a las obtenidas con los elementos de yeso tradicional de prefabricación, por ejemplo de 25 a 35 kg/cm² de resistencia a la flexión y de 60 a 80 kg/cm² de resistencia a la compresión, mediante la utilización de las mezclas de yeso húmedo y escayola citadas y la aplicación de presión de densificación inferior a 100 kg/cm². Se obtienen valores superiores, aumentando el peso de la mezcla a densificar y la presión necesaria para la densificación, por ejemplo, hasta 100 kg/cm² de resistencia a la flexión y hasta 400 kg/cm² de resistencia a la compresión.

15 Los materiales obtenidos presentan excelentes propiedades mecánicas y excelentes propiedades de aislamiento térmico y acústico. Pero es sabido que toda obra de escayola es naturalmente hidrófila y presenta el inconveniente, cuando se halla en contacto con el agua, de perder progresivamente sus propiedades mecánicas, lo que hace que el uso de escayola en el exterior haya sido realizado hasta el presente en forma de revocos, y que no haya intervenido en la fabricación de elementos del tipo de perpiños u otros, en materiales portadores o de relleno.

20
25
30 Prosiguiendo sus investigaciones, la solicitante ha tratado de mejorar la resistencia al agua de los materiales descritos en la patente española previamente citada.

1 Se han efectuado diversas tentativas en el pasado,
para hacer hidrófugo a la escayola. Se puede citar la paten-
te británica 380.321, que prevé la aplicación a la superfi-
cie de los materiales de escayola o de cemento, de una solu-
5 ción acuosa de una sal soluble de un ácido graso, tal como
una sal potásica; la sal escogida puede ser aplicada en un
disolvente o en emulsión, y procura, después del secado, una
hidrofugación superficial.

10 La técnica de hidrofugar por medio de una suspen-
sión ha sido igualmente explotada más tarde, en el procedi-
miento de la solicitud de patente francesa 2.345.407. Median-
te esta técnica, se hace impermeable la totalidad del mate-
rial y no sólo la superficie, incorporando en el momento del
amasado de la escayola con agua, una emulsión impermeabili-
15 zante que comporta asfalto, una cera, un compuesto de bora-
to, y alcohol polivinílico.

La escayola así adicionada, se amasa con agua en
emulsión, y proporciona, después de haber fraguado y de ha-
ber secado, materiales como las placas de escayola.

20 Parece ser que en la técnica anterior no se ha lle-
gado a fabricar materiales a base de escayola hidrofugados,
según un procedimiento económicamente válido.

25 Frecuentemente, se recurre a un hidrófugo emulsio-
nado o disuelto en un disolvente, lo cual plantea problemas
para una buena dispersión del hidrófugo en la escayola, y
la obligación de una etapa de secado.

Un objetivo de la presente invención es proporcio-
nar un nuevo material obtenido a partir de una mezcla de
yeso y escayola y susceptible de ser utilizado en el exte-
rior.

1 Otro objetivo de la invención es proponer un procedimiento realizable a escala industrial.

Se ha encontrado ahora y esto es lo que constituye el objeto de la presente invención, un material densificado, preparado a partir de una mezcla de yeso y escayola, que presenta excelentes propiedades mecánicas e hidrófugas, caracterizado porque se obtiene por el procedimiento que consiste en:

5 - emplear yeso, escayola, agua, que puede ser aportada en su totalidad o en parte por el yeso húmedo, una sal metálica de ácido graso prácticamente insoluble, y en mezclar íntimamente los componentes previamente citados;

10 - en colocar la mezcla en un molde;

15 - en aplicar una presión tal que el fraguado de la escayola se realice en un tiempo muy corto;

- en extraer del molde el objeto así obtenido, sin secado.

20 En la descripción que sigue de la presente invención, se definirá la naturaleza de los diferentes componentes que intervienen en el nuevo material de construcción, así como sus proporciones.

A título de agente hidrófugo, se utilizan las sales metálicas de ácidos grasos prácticamente insolubles en agua.

25 Por sales metálicas de ácidos grasos prácticamente insolubles en agua, se entiende una sal de ácido graso insoluble en agua o difícilmente soluble en agua.

La solubilidad de la sal es, por ejemplo, inferior a 100 mg/litro.

30 Generalmente, se escoge por lo menos una sal de

1 un ácido, tal como ácido oleico, ácido esteárico, ácido pal-
mítico. Las sales prácticamente insolubles de los ácidos
grasos se escogen del grupo constituido por las sales de
calcio, de aluminio, de bario, de plomo, de magnesio, de
5 zinc, de cobre y de níquel.

Ventajosamente, se escoge un estearato de calcio,
de zinc o de aluminio.

Algunas veces resulta ventajoso escoger una sal
de una mezcla de diferentes ácidos grasos. Se puede esco-
10 ger también una mezcla de las sales arriba mencionadas.

Preferentemente, se escoge el estearato de cal-
cio.

El origen del yeso que se puede emplear según la
invención, puede ser muy diverso. Por ejemplo, es posible
15 utilizar para los fines de la invención, yeso sintético, que
proviene especialmente:

- de la fabricación industrial de ácidos por ata-
que de una sal de calcio por el ácido sulfúrico; entre es-
tas fabricaciones, se puede citar la del ácido fosfórico
20 por ataque del fosfato de calcio mediante ácido sulfúrico,
la del ácido fluorhídrico, por ataque de la fluorita median-
te ácido sulfúrico, la del ácido bórico y la de los ácidos
orgánicos, como el ácido cítrico, tartárico;

- de la fabricación del carbonato sódico por la
acción del cloruro de calcio residual sobre sulfato sódico;
25

- de la activación de las arcillas por la acción
del carbonato cálcico sobre el sulfato de aluminio residual;

- de la neutralización de los efluentes industria-
les ácidos, especialmente, mediante cal o mediante carbona-
to cálcico.
30

1 Estos efluentes ácidos pueden tener orígenes di-
versos, como, por ejemplo, la fabricación industrial de óxi-
do de titanio por la vía sulfúrica, los procedimientos de
decapado en la fabricación del acero, los procedimientos de
5 purificación de los sulfatos de cobre o de zinc.

 Es igualmente posible emplear yeso natural.

 De una manera preferente, se emplea, según la in-
vención, un yeso, denominado en lo que sigue yeso fosfóri-
co, obtenido como producto secundario de la fabricación del
10 ácido fosfórico por ataque mediante ácido sulfúrico de los
minerales fosfatados, como, por ejemplo, de Marruecos, de
Togo, de Taíba, de Brasil, de La Florida, de Africa del Sur,
de Israel, etc.

 Para los fines de la invención, se utilizará ven-
15 tajosamente un yeso fosfórico procedente de la fabricación
del ácido fosfórico, tal como el descrito en las patentes
francesas 1.125.849 y 1.181.150, bien sea tal como sale de
la filtración del líquido de ataque de los fosfatos, por
ejemplo, por medio del filtro descrito en la patente fran-
20 cesa 1.327.693, bien sea después de haber experimentado una
etapa de purificación y, eventualmente, una etapa de trans-
formación de las impurezas por vía química, tal como, por
ejemplo, un tratamiento alcalino. La etapa de purificación
comprende generalmente un lavado seguido por una filtración
25 o por una filtración con succión, o incluso una flotación se-
guida por una filtración o por una filtración con succión.
En lo que concierne al detalle de las operaciones de purifi-
cación, especialmente, mediante tratamiento en hidrociclón,
se puede operar tal como se describe en la patente francesa
30 1.601.441.

1 Para los fines de la invención, se utilizará ventajosamente un yeso fosfórico, que haya experimentado un procedimiento de purificación, en el cual se eliminan las impurezas del sulfato cálcico sintético por medio de un compuesto de reacción alcalina, tal como la cal. Se hará referencia a la solicitud de patente 75/12923 para la descripción de las condiciones de operación.

5
10 Todavía de manera más preferente, se emplea un yeso fosfórico, lavado, tratado en hidrociclón y neutralizado.

El yeso empleado según el procedimiento de la invención tiene un contenido de agua comprendido entre 0 y 40% : es ventajoso utilizar el yeso en estado de polvo, y evitar que no se vuelva pastoso en el momento de su empleo.

15 Es interesante emplear yesos fosfóricos que tengan un contenido de agua comprendido entre 15 y 40% y, preferentemente, entre 20 y 35%.

20 Con el mismo fin de obtener un yeso no pastoso, es interesante emplear yesos no triturados con una granulometría fina, lo que permite especialmente conservar el estado de polvo de yesos con grados de humedad elevados y preferidos descritos arriba. La superficie específica Blaine correspondiente de tales yesos, está comprendida entre 200 y 10.000 cm^2/g y, preferentemente, está comprendida entre 25 200 y 6.000 cm^2/g .

De una manera todavía más preferente, se utiliza un yeso fosfórico, que tenga una superficie específica Blaine comprendida entre 1.000 y 4.000 cm^2/g .

El origen de la escayola empleada según el procedimiento de la invención, puede ser extremadamente diverso.

1 Así, pueden emplearse diversas escayolas a base de sulfato
cálcico semihidratado alfa, o a base de sulfato cálcico se-
mihidratado beta. Estas escayolas pueden contener proporcio-
nes muy variadas de anhídrita II y de anhídrita III y, ade-
5 más, la concentración residual de yeso en estos puede lle-
gar hasta aproximadamente un 15% en peso. En particular,
puede ser ventajoso emplear escayolas que contengan casi un
100% de anhídrita III soluble.

Según la finalidad particular de la invención,
10 puede ser ventajoso utilizar una escayola de superficie es-
pecífica Blaine comprendida entre 500 y 15.000 cm^2/g , más
en particular, entre 2.000 y 5.000 cm^2/g , preferentemente
de granulometría precisa.

Esta granulometría preferida fina y precisa con-
duce a una escayola de una densidad aparente escasa, parti-
15 cularmente ventajoso para los fines de la invención. Así, la
escayola procedente del sulfato cálcico fosfórico es muy
interesante para este fin, puesto que posee, bien sea di-
rectamente, bien sea después de trituración simple, las ca-
racterísticas requeridas.
20

Se escoge preferentemente una distribución granu-
lométrica tal que la mayor parte de las partículas tenga una
dimensión comprendida entre 20 y 100 micras, con un máximo
de 40 a 50 micras, presentando tal distribución granulomé-
25 trica, considerada como muy precisa, especialmente las esca-
yolas procedentes de la calcinación del yeso fosfórico.

Según una realización preferida de la invención,
la escayola procedente del yeso fosfórico o escayola fosfóri-
ca, particularmente apta, puede obtenerse mediante secado y
calcinación del yeso fosfórico procedente sobre todo de los
30
05029

1 procedimientos descritos arriba. Para fabricar escayola
conveniente para los fines de la invención, pueden emplear-
se diversas vías de secado-calcinación, entre las cuales
5 se pueden citar las que utilizan un horno rotatorio con-
tinuo, de calentamiento indirecto, un horno rotatorio dis-
continuo, cíclico, de calentamiento indirecto, un calcina-
dor de tornillo sin fin (tal como, por ejemplo, el descri-
to en el procedimiento de la patente francesa 1.601.411),
un secado neumático y una calcinación en lecho fluidizado
10 (tal como se describe en la solicitud de patente francesa
75/16119), o una calcinación de tipo neumático realizada en
un aparato del tipo del que se describe en la patente fran-
cesa 2.257.326. La solicitud de patente francesa 75/16119
concieme especialmente a un procedimiento de tratamiento
15 térmico del yeso para transformarlo en yeso semihidratado
beta mediante calentamiento indirecto en lecho fluidizado,
caracterizado porque se realiza en combinación, en opera-
ción continua, la fluidización continua del yeso finamen-
te dividido, por medio de un gas constituido esencialmente
20 por aire, una velocidad de alimentación de gas de fluidiza-
ción comprendida entre la velocidad mínima teórica por de-
bajo de la cual el lecho permanece en reposo y aproxima-
mente 6 veces esta velocidad, una trayectoria sensiblemente
horizontal de material desde una extremidad a la otra
25 del lecho fluidizado, simultáneamente con el avance de la
reacción de deshidratación, un aporte de calorías por me-
dio de elementos de calefacción sumergidos en el lecho flui-
dizado, tal que exista una diferencia de temperatura de va-
rias decenas de grados centígrados entre la temperatura me-
dia de cada elemento de calefacción y la materia fluidizada,

1 eliminación del vapor de agua producido por la reacción, y
porque se recoge en el extremo de salida del lecho fluidi-
zado un producto transformado de manera prácticamente total
en semihidrato. En elementos de calefacción autónomos se
5 realiza la circulación continua de un fluido caliente, de
manera que se establezca a la entrada de cada elemento de
calefacción una temperatura prácticamente constante, com-
prendida entre 130 y 300°C. Se regula la temperatura del
fluido caliente a la salida de cada elemento de calefacción,
10 de tal manera que sea de 30 a 40°C inferior a la temperatu-
ra de entrada, por medio de la regulación del caudal de flui-
do caliente.

El producto calcinado obtenido contiene por lo me-
nos un 80% de semihidrato beta.

15 La mezcla de yeso y escayola según la invención
es tal que el porcentaje en peso de escayola en ésta, está
comprendido entre 30 y 99%, pero preferentemente, entre 30 y
60%.

20 El exceso de agua con relación a la cantidad es-
tequiométrica necesaria para el fraguado ulterior de la
mezcla, está comprendido entre 0 y 15% del peso total de la
mezcla y, preferentemente, entre el 2 y el 8%.

25 Se precisará que la cantidad de agua en exceso es
tá expresada con relación al peso de mezcla seca (después
del fraguado de la escayola), y corresponde, por lo tanto,
al peso de yeso introducido, más la que resulta del fragua-
do de la escayola, más el peso del agente hidrófugo.

30 Si el yeso húmedo no aporta suficiente cantidad
de agua en forma de agua ligada físicamente o adsorbida su-
perficiealmente, se añade, si es necesario, agua a la mezcla

1 de yeso y escayola, de tal manera que el exceso de agua se sitúe entre los límites previamente citados.

5 En lo que respecta a la cantidad de agente hidrófugo empleada, ésta es generalmente pequeña y puede estar comprendida, por ejemplo, entre 0,2 y 2% en peso de la mezcla seca y, preferentemente, entre 0,5 y 1,5%.

10 No se saldrá del marco de la presente invención, añadiendo a la mezcla coadyuvantes diversos, como : agentes de neutralización (cal, carbonato cálcico), otros agentes hidrófugos (metil-siliconatos), agentes de refuerzo (fibras minerales u orgánicas), productos minerales (sulfato de alúmina o cal), polímeros (resinas de urea-formaldehído o poliacetatos de vinilo y diversas cargas (gravas o caolín).

15 En el momento de la realización del procedimiento de la invención, es necesario mezclar bien los componentes de la mezcla, antes de efectuar la densificación.

Son posibles numerosas variantes de ejecución para la preparación de la mezcla introducida seguidamente en el molde.

20 Se emplea el agente hidrófugo escogido, en polvo, añadiéndolo primeramente a la escayola; en este caso, se mezcla seguidamente la escayola a la que se ha añadido agente hidrófugo, con el yeso húmedo y, eventualmente, se efectúa una pulverización de agua complementaria.

25 Esta pulverización de agua complementaria se realiza especialmente cuando el yeso empleado está seco o insuficientemente húmedo; en este caso, se puede añadir el agua necesaria, bien sea al yeso antes del mezclado, bien sea después de haber mezclado el yeso seco o insuficientemente húmedo y la escayola en el molde, inmediatamente antes de

1 la densificación.

En otro modo de realización, se añade el agente hidrófugo en el momento mismo en que se mezcla la escayola con el yeso.

5 Seguidamente, se procede a la adición de agua si es necesario.

Esta operación de mezcla puede efectuarse por todos los medios conocidos, por ejemplo, con ayuda de un agitador de tipo de turbina o de hélice, de un mezclador de reja.

10 El modo preferido de realización de la invención consiste en efectuar la mezcla previa de la escayola y del agente hidrófugo : la escasa diferencia de granulometría entre los dos polvos permite obtener una buena distribución del agente hidrófugo en el seno de la escayola.

15 La mezcla obtenida se somete al procedimiento de densificación descrito en la patente principal.

20 Las presiones de densificación utilizadas para el fin preferido de la invención de la patente principal, están comprendidas entre 30 y 100 kg/cm²; es bien evidente que empleando presiones superiores, se obtienen igualmente materiales interesantes. La invención no está limitada, por lo tanto, al empleo de las presiones preferidas, pudiéndose aplicar el procedimiento igualmente cuando se emplean presiones superiores a los 100 kg/cm².

25 El único criterio que preside la elección del límite superior de la presión es la obtención de un material homogéneo. Generalmente, se utilizan presiones inferiores a los 200 kg/cm².

30 La presión puede ser aplicada bien sea según un
05029

1 sólo plan sobre la mezcla, o simultáneamente según planes
diferentes. Puede ser ventajoso, eventualmente, efectuar
una densificación previa de la mezcla.

5 El tiempo de aplicación de la presión puede ser
variable, pero la solicitante ha comprobado que, general-
mente, tiempos de aplicación de presión bastante cortos,
por ejemplo del orden de 15 a 90 segundos e incluso inferior
10 res a los 15 segundos, daban inmediatamente materiales ma-
nipulables. Esta rapidez permite fabricar objetos que ten-
gan buenas propiedades, a cadencias elevadas, y constituye
un elemento positivo desde el punto de vista industrial y
un interés particular del procedimiento según la invención.

15 Seguidamente, se da un modo de realización prefe-
rente de la invención, que permite obtener materiales que
presentan resistencias mecánicas elevadas y unas propieda-
des hidrófugas elevadas, y que consiste:

- en emplear:

. una escayola fosfórica, cuya superficie espe-
cífica Blaine es de 2.000 a 5.000 cm^2/g ;

20 . un yeso fosfórico húmedo, que contiene de 15
a 40% en peso de agua y que tiene una superficie específi-
ca Blaine de 1.000 a 4.000 cm^2/g .

25 . estando comprendido el porcentaje en peso de
escayola fosfórica en la mezcla de yeso fosfórico y de es-
cayola fosfórica, entre 30 y 60%.

. el exceso de agua con relación a la cantidad
estequiométrica necesaria para el fraguado ulterior de la
mezcla está comprendido entre 2 y 8%.

. una sal metálica del ácido esteárico añadida
en una cantidad que varía entre 0,2 y 2% del peso de la mez

1 cla;

. en efectuar primeramente la mezcla de la sal metálica del ácido esteárico y de la escayola fosfórica y, después, añadir el yeso húmedo y, eventualmente, proceder a una pulverización de agua;

5

- en colocar la mezcla en el molde;
- en aplicar una presión de densificación inferior a 200 kg/cm^2 ;
- en retirar el objeto del molde.

10

Las características de los productos y del procedimiento no están dadas arriba a título de limitación, sino que corresponden a aquéllas que permiten obtener el material más económico.

15

El procedimiento de la invención y, particularmente, su modo de realización preferente, conducen a un material de construcción homogéneo e hidrófugo en su masa.

20

Es de todos modos sorprendente que tan pequeñas cantidades de agente hidrófugo permitan llegar a una hidrofugación completa, sin formación de puntos precedentes de recogida de agua, como ocurre en los procedimientos de preparación de materiales de yeso moldeados después del amasado.

25

Los materiales obtenidos son muy hidrófugos. Se comprueba una conservación prácticamente total de las propiedades mecánicas.

Son poco sensibles a la gelificación.

30

Se señala, como otra ventaja, que los compuestos hidrófugos escogidos son compatibles con las materias primas sulfato cálcico y yeso, de cualquier granulometría, citadas más arriba. La introducción del agente hidrófugo en forma de

1 polvo, no inhibe el fraguado del yeso.

La incorporación del agente hidrófugo y su dispersión no presentan dificultades, puesto que no se pasa por la etapa intermedia de una argamasa o de una pasta, como en las técnicas conocidas anteriormente.

Otra ventaja es que si se prefiere efectuar la densificación y la hidrofugación en presencia de un compuesto de neutralización como es el caso algunas veces cuando se tratan, según un método conocido, ciertos yesos fosfóricos o escayolas residuales ácidas, se facilita la incorporación de los compuestos hidrófugos de la invención.

En la realización del procedimiento de la invención, se observa otro resultado inesperado. La presión necesaria para densificar un peso dado de mezcla en polvo, en un volumen dado, está sensiblemente disminuída.

La economía realizada mediante la disminución de la presión necesaria es aún más importante cuando se escogen presiones elevadas de densificación, lo que es favorable para obtención de materiales aptos por sí mismos para la hidrofugación.

El procedimiento es económico, puesto que no exige un secado.

Los materiales hidrofugados gracias al procedimiento de la invención, encuentran aplicaciones en el sector de los materiales portadores (muros, paredes maestras), de los materiales exteriores (placas para fachadas), de los elementos de techos, como los cañizos, etc. y, en general, como materiales que tienen a la vez buenas propiedades de resistencia al agua y de resistencia mecánica.

La forma del molde utilizada en el procedimiento

1 de la invención, permite obtener materiales con elementos
de ensamblaje, si bien se pueden construir muy fácilmente
muros portadores o muros maestros. El material presenta su-
perficies acabadas y los muros así obtenidos no necesitan
5 un enlucido de escayola, sino simplemente un enlucido de pin-
tura.

Los ejemplos siguientes ilustran los diferentes
aspectos de la invención, sin limitar su alcance.

10 Con el fin de apreciar la calidad de la hidrofuga-
ción de los materiales obtenidos y sus propiedades mecá-
nicas, se confeccionan probetas de dimensiones de 4 cm x
4 cm x 16 cm.

Se opera de la manera siguiente:

15 Se prepara una mezcla homogénea de escayola, yeso
y agente hidrófugo, según las condiciones de operación pre-
cisadas en los ejemplos;

- se coloca la mezcla escogida en el molde sin
apisonarla ni vibrarla;

20 - se comprime la mezcla hasta el volumen final
deseado, durando esta operación aproximadamente 15 segundos
y necesitando la aplicación de una presión que se define en
lo que sigue;

- inmediatamente después se seca la probeta del
molde;

25 - el material así moldeado se deja al aire libre;

- se mide la calidad de la hidrofugación, por una
parte, por inmersión en agua y, por otra parte, mediante un
contacto con agua por capilaridad, sobre lecho de arena hú-
meda. Se mide el peso de agua así recogida, en los dos ca-
sos;

1 - se preparan dos probetas por ensayo: una es el testigo y permitirá determinar las resistencias a la flexión y a la compresión con la probeta seca, y la otra habiendo estado sometida al ensayo de contacto con agua;

5 - se comparan las propiedades mecánicas de los materiales obtenidos, antes y después de los ensayos anteriores de hidrofugación.

En la expresión de los resultados obtenidos, se designa por:

10 - % de escayola : el porcentaje de escayola en la mezcla de escayola y yeso seco;

- % de agua en exceso : el porcentaje de agua en exceso con relación a la mezcla seca, después de fraguada la escayola;

15 - % de agente hidrófugo : el porcentaje de agente hidrófugo con relación a la mezcla seca, después de fraguada la escayola;

- Pc : la presión de densificación;

20 - Fs : la resistencia a la flexión de la probeta secada a la temperatura ambiente durante 24 horas a 72 horas, hasta obtener un peso constante;

- Fh : la resistencia a la flexión de la probeta depositada sobre un lecho de arena durante 72 horas, a la temperatura ambiente. La probeta se rompe húmeda;

25 - Fi : la resistencia a la flexión de la probeta sumergida en agua durante 24 horas y dejada después durante 24 horas a la temperatura ambiente;

- Cs : la resistencia a la compresión de la probeta secada a la temperatura ambiente durante 24 horas a 72

30 horas, hasta obtener un peso constante;

1

- Ch : la resistencia a la compresión de la probeta depositada sobre un lecho de arena durante 72 horas a la temperatura ambiente;

5

- Ci : la resistencia a la compresión de la probeta sumergida en agua durante 24 horas y dejada después durante 24 horas a la temperatura ambiente;

10

- % Rc : el peso de agua con relación al peso de la probeta seca. Este agua proviene de la ascensión por capilaridad después del contacto con el lecho de arena húmeda;

- % Ri : el peso de agua con relación al peso de la probeta seca. Este agua proviene de la ascensión por capilaridad debida a la inmersión en agua.

EJEMPLO 1

15

Se somete a los ensayos siguientes de incorporación de estearatos de aluminio, zinc y calcio, un yeso húmedo, cuya cantidad de agua libre (humedad) es de 24,1%. Este procede del ataque con ácido sulfúrico, según el procedimiento de la patente francesa 1.125.849, de un mineral de Marruecos. Su superficie específica Blaine, en estado seco, es de 1200 cm²/g.

20

La escayola utilizada es del tipo semihidrato beta, procedente de la calcinación del yeso húmedo precedente, según el procedimiento de la patente francesa 2.257.326, sin trituration suplementaria. Su superficie específica Blaine es de 3.600 cm²/g.

25

Se mezcla primeramente el estearato y la escayola y, después, se introduce el yeso húmedo y se prosigue la agitación durante un minuto y 30 segundos en un mezclador planetario.

30

1 Seguidamente, se coloca la mezcla en un molde y se densifica.

A título de comparación, se realiza un ensayo sin contenido de estearato (ensayo 1a).

5 Se utilizan dos probetas de 4 x 4 x 16 cm por ensayo, una probeta testigo y una que será sometida a contacto con agua.

Después de la densificación, se dejan las probetas durante 24 horas al aire.

10 Se miden las propiedades mecánicas de los testigos y la otra probeta se coloca durante 72 horas sobre un lecho de arena húmeda.

Seguidamente, se miden las propiedades mecánicas en estado húmedo.

15 Las proporciones de los diferentes componentes, las condiciones de los ensayos y los resultados, se consignan en la Tabla I.

20

25

30

1

5

10

15

20

25

30

05029

TABLA I

Referencia del ensayo	Naturaleza del agente hidrófugo	% de escayola	% de agua en exceso	% de agente hidrófugo	Pc kg/cm ²	TESTIGO		Después de 72 horas sobre lecho de arena húmeda		
						Fs, kg/cm ²	Cs kg/cm ²	% Rc	Fh kg/cm ²	Ch kg/cm ²
1a	sin estearato	56,5	0,02	0	158	78	166	16	19	41
1	con estearato de aluminio	55	0,27	1,36	100	71	142	2,4	88	190
2	con estearato de zinc	55	0,27	1,36	95	75	152	2,1	80	172
3	con estearato de calcio	55	0,27	1,36	100	68	139	2,0	83	152

1

Se comprueba que:

- los estearatos dan resultados equivalentes:

- . descenso de la presión de densificación
- . casi conservación de las propiedades iniciales
- . disminución muy intensa de la recogida o ab-

5

sorción de agua

. conservación de las propiedades al cabo de 72 horas sobre lecho de arena húmeda.

EJEMPLO 2

10

Se opera como en el Ejemplo precedente, reemplazando el estearato escogido por una mezcla, en proporciones en peso casi iguales, de estearato, oleato y palmitato de calcio.

Se obtienen resultados equivalentes a los del Ejemplo 1.

15

EJEMPLO 3

Se efectúa una serie de 4 ensayos, incorporando estearato de calcio a los mismos yeso y escayola y según el mismo modo de operación que en el Ejemplo 1. Se utilizan, como anteriormente, dos probetas para cada ensayo, siendo una el testigo y sometándose la otra al ensayo de contacto con agua.

20

El ensayo la se realiza sin hidrófugo.

En la Tabla II siguiente, se han reunido las condiciones detalladas de estos ensayos.

25

30

05029

1

5

10

15

20

25

30

05029

TABLA II

Referencia del ensayo	% de escayola	% de agua en exceso	% de agente hidrófugo	Densidad	Pc	TESTIGO		Después de 72 horas sobre lecho de arena húmeda			Después de inmersión		
						Fs	Cs	% Rc	Fh	Ch	Ff	Cf	% Rf
1a	63,4	2	0	1,78	226	88	195	15	31	61	34	83	10
1	63,4	2	1,5	1,74	177	79	166	< 0,5	56	126	56	157	0,5
2	63,4	2	1,5	1,50	96	53	82	< 0,5	38	71	41	86	0,5
3	81,4	2	1,5	1,73	128	84	163	0,6	33	88	45	140	0,5
4	81,4	2	0,4	1,73	144	80	181	16,9	18	35	23	60	12,4

1 Los ensayos 1 y 2 son con los mismos contenidos en
%; pero el ensayo 2 se realiza gracias a una densificación
más débil, observándose que son menos elevadas su densidad
y sus propiedades mecánicas, y que las recogidas de agua son
5 ligeramente superiores, pero que la conservación de las pro-
piedades es buena.

Los ensayos 2 y 3 se realizan con la misma concen-
tración de estearato, pero con cantidades de escayola y de
yeso diferentes; el ensayo 3, que contiene más escayola,
10 tiene mejores propiedades iniciales, pero recogidas de aguas
más elevadas y una conservación de sus propiedades menos bue
na. El ensayo 4 que, además, tiene una concentración muy pe-
queña de estearato (0,4%), tiene recogidas de agua elevadas.

EJEMPLO 4

15 Se realiza una serie de ensayos, empleando yesos y
escayolas de origen natural, con o sin hidrófugo.

El yeso es de origen natural y procede de la cante-
ra de CORMELLES (Francia). Está triturado, con el fin de
llevarlo a una superficie específica Blaine de $1300 \text{ cm}^2/\text{g}$.
20 Su contenido de agua libre es inferior al 0,5% en peso.

La escayola utilizada es del tipo semihidrato, re-
sultando de la calcinación de un yeso del mismo origen y es-
tá triturada hasta obtenerse una superficie específica Blai-
ne de $7.000 \text{ cm}^2/\text{g}$. Su pérdida de peso a 135°C es del 6,2% en
25 peso.

Los tiempos de fraguado (norma NF B 12402) de una
probeta de yeso amasado con una relación de amasado de agua/
escayola de 0,9, son:

tiempo de iniciación del fraguado : 5 minutos

tiempos de finalización del fraguado (medido con la

1 aguja Vicat 200) : 11 minutos 45 segundos.

El pH de una suspensión de escayola al 20% en peso en agua permutada, es de 8,2.

El agente hidrófugo es el estearato de calcio.

5 Se opera de la manera siguiente:

Se introduce la escayola en un mezclador del tipo de reja (denominado LÜDIGE) y se procede, si es necesario, a su mezcla con el agente hidrófugo.

Seguidamente, se añade el yeso al mezclador.

10 A continuación, se pulveriza en el mezclador el agua necesaria para el fraguado de la escayola.

Después de la realización de una mezcla homogénea, el polvo húmedo se vierte en un molde y se aplica la presión de densificación necesaria para la obtención de la densidad deseada.

15 Se confeccionan diferentes probetas, que se someten a los ensayos anteriormente definidos.

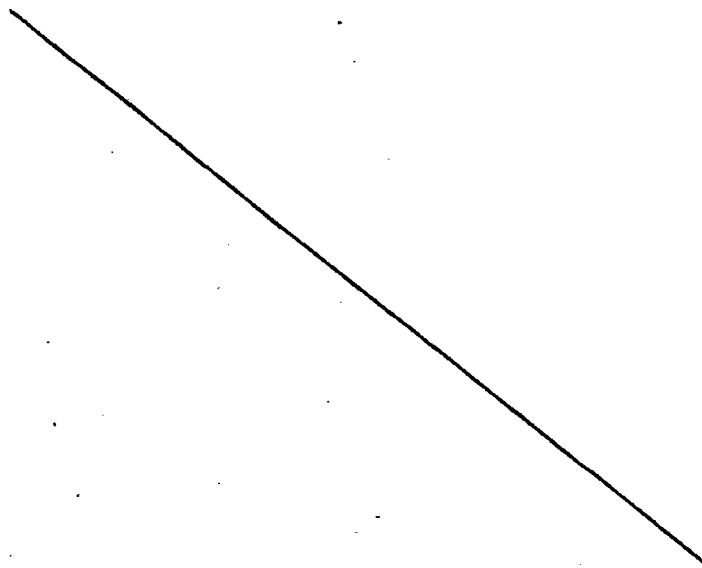
Las condiciones de los ensayos y los resultados se consignan en la tabla III siguiente.

20

25

30

05029



1

5

10

15

20

25

30

05029

TABLA III

Referencia del ensayo	% de escayola	% de agua en exceso	% de agente hidrófugo	Densidad	Pc	TESTIGO		Después de 72 horas sobre lecho de arena húmeda		
						Fs	Cs	% Rc	Ph	Ch
1	55	2	0	1,65	190	50	189	21	< 5	< 15
2	55	8	0	1,63	210	73	148	22	< 5	< 15
3	55	2	0,5	1,61	80	50	100	20	8	15
4	55	2	1	1,61	80	48	105	20	8	20
5	55	2	1,5	1,59	84	46	95	20	6	25
6	55	8	0,5	1,59	110	40	120	18	< 5	< 15
7	55	8	1,0	1,59	93	38	100	18	< 5	< 15
8	55	8	1,5	1,58	141	39	60	18	< 5	< 15

1

EJEMPLO 5

Se llevan a cabo una serie de ensayos según el modo de operación descrito en el Ejemplo 4, pero empleando un yeso fosfórico y una escayola fosfórica procedentes de Marruecos.

5

El yeso utilizado es un yeso fosfórico procedente de Marruecos, de una superficie específica Blaine de 1500 cm²/g y que tiene un contenido de agua libre del 24%.

10

La escayola utilizada es una escayola fosfórica que resulta de la calcinación de un yeso fosfórico del mismo origen. Su superficie específica Blaine es de 3.200 cm²/g. Su pérdida de peso a 135°C es del 6,1% en peso. Los tiempos de fraguado de una probeta de escayola amasada : con una relación de amasado de 0,9, son:

15

Tiempos de iniciación del fraguado: 3 minutos 25 segundos

Tiempo de finalización del fraguado: 9 minutos 35 segundos

20

El pH de una suspensión de escayola al 20% en peso en agua permutada, es de 3,6.

La proporción de insolubles de una suspensión al 33% en peso de yeso en una solución de agua permutada, que contiene 24 g/litro de cloruro sódico, es del 4%.

25

El agente hidrófugo utilizado es el estearato cálcico.

Las condiciones detalladas de estos ensayos y los resultados, se recopilan en la Tabla IV.

30

05029

TABLA IV

Referencia de ensayo	% de escayola	% de agua en exceso	% de agente hidrófugo	Densidad	Pc	TESTIGO		Después de 72 horas sobre el lecho de arena húmeda		
						Fs	Cs	% Ic	Fh	Ch
1	57	2	0	1,61	182	56	168	16	18	62
2	57	8	0	1,60	205	58	175	17	24	75
3	57	2	0,5	1,59	80	40	120	13	28	75
4	57	2	1	1,59	71	45	105	8	28	70
5	57	2	1,5	1,59	64	25	76	4	34	75
6	57	8	0,5	1,59	70	54	132	12	31	65
7	57	8	1	1,59	80	45	115	7	25	75
8	57	8	1,5	1,59	77	28	110	4	31	90

1

EJEMPLO 6

Se realiza una serie de ensayos de una manera idéntica a la del Ejemplo precedente, pero poniendo en juego un yeso fosfórico y una escayola fosfórica procedentes de Marruecos, que tienen las características siguientes:

5

- El yeso utilizado es un yeso fosfórico procedente de Marruecos, de una superficie específica Blaine de 1800 cm^2/g y que tiene un contenido de agua libre del 16,5%.

10

- La escayola es una escayola fosfórica que resulta de la calcinación de un yeso fosfórico del mismo origen. Su superficie específica Blaine es de 3.300 cm^2/g . Su pérdida de peso a 135°C es del 6,4 % en peso. Los tiempos de fraguado de una probeta de escayola amasada, con una relación de amasado de 0,9, son:

15

Tiempos de iniciación del fraguado: 4 minutos 20 segundos

Tiempos de finalización del fraguado: 12 minutos 45 segundos

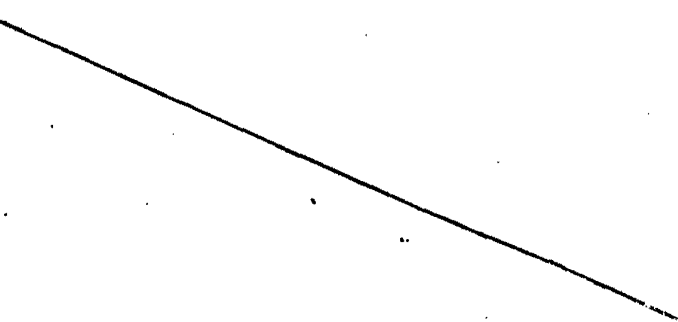
20

El pH de una suspensión de escayola al 20% en peso, en agua permutada, es de 3,9.

La proporción de insolubles de una suspensión al 33% en peso de yeso en una solución de agua permutada, que contiene 24 g/litro de cloruro sódico, es del 1,5%.

25

Los resultados se recopilan en la Tabla V.



30

05029

TABLA V

Referencia de ensayo	% de escayola	% de agua en exceso	% de agente hidrófugo	Densidad	Pc	TESTIGO			Después de 72 horas sobre lecho de arena húmeda		
						Fs	Cs	% Rc	Fh	Ch	
1	53	2	0	1,62	182	56	168	16	14	35	
2	53	8	0	1,61	205	58	175	17	18	45	
3	53	2	0,5	1,64	90	30	110	7,6	29	70	
4	53	2	1	1,63	84	37	95	0,9	40	70	
5	53	2	1,5	1,63	84	29	72	0,9	31	60	
6	53	8	0,5	1,72	115	67	150	4	40	100	
7	53	8	1	1,70	96	42	85	1,7	40	85	
8	53	8	1,5	1,70	115	38	65	0,6	43	80	

1

5

10

15

20

25

30

1 EJEMPLO 7

El ejemplo siguiente llevado a cabo de la manera tal como se describe en el Ejemplo 4, ilustra el empleo de un yeso fosfórico y de una escayola fosfórica procedentes de Togo.

5 El yeso utilizado es un yeso fosfórico procedente de Togo, de una superficie específica Blaine de $1.200 \text{ cm}^2/\text{g}$ y que tiene un contenido de agua libre del 18%.

La escayola utilizada es una escayola fosfórica que resulta de la calcinación de un yeso fosfórico del mismo origen. Su superficie específica Blaine es de $2.200 \text{ cm}^2/\text{g}$. Su pérdida de peso a 135°C es del 5,61% en peso. Los tiempos de fraguado de una probeta de escayola amasada : con una relación de amasado de 0,9, son:

15 Tiempos de iniciación de fraguado: 1 minuto 30 segundos

Tiempos de finalización del fraguado: 3 minutos 30 segundos

20 El pH de una suspensión de escayola al 20% en peso en agua permutada, es de 5,8.

La proporción de insolubles de una suspensión al 33% en peso de escayola en una solución de agua permutada, que contiene 24 g/litro de cloruro sódico, es del 4%.

25 El agente hidrófugo utilizado es el estearato de calcio.

La Tabla VI recopila los resultados obtenidos.

1

5

10

15

20

25

30

05029

TABLA VI

Referencia de ensayo	% de escayola	% de agua en exceso	% de agente hidrófugo	Densidad	Pc	TESTIGO		Después de 72 horas sobre lecho de arena húmeda		
						Fs	Gs	% Rc	Fh	Ch
1	54	2	0	1,63	146	50	150	13,5	-	90
2	54	8	0	1,65	160	48	145	14	-	95
3	54	2	0,5	1,61	96	40	120	<0,5	35	115
4	54	2	1	1,61	109	28	105	<0,5	35	110
5	54	2	1,5	1,62	96	18	75	<0,5	25	85
6	54	8	0,5	1,68	109	40	135	<0,5	28	135
7	54	8	1	1,68	96	35	115	<0,5	47	135
8	54	8	1,5	1,68	93	19	85	<0,5	33	100

1

A la vista de los ejemplos 4 a-7, se observa que las propiedades mecánicas y las calidades de la hidrofugación varían en función del origen de los yesos y de las escayolas utilizados.

5

10

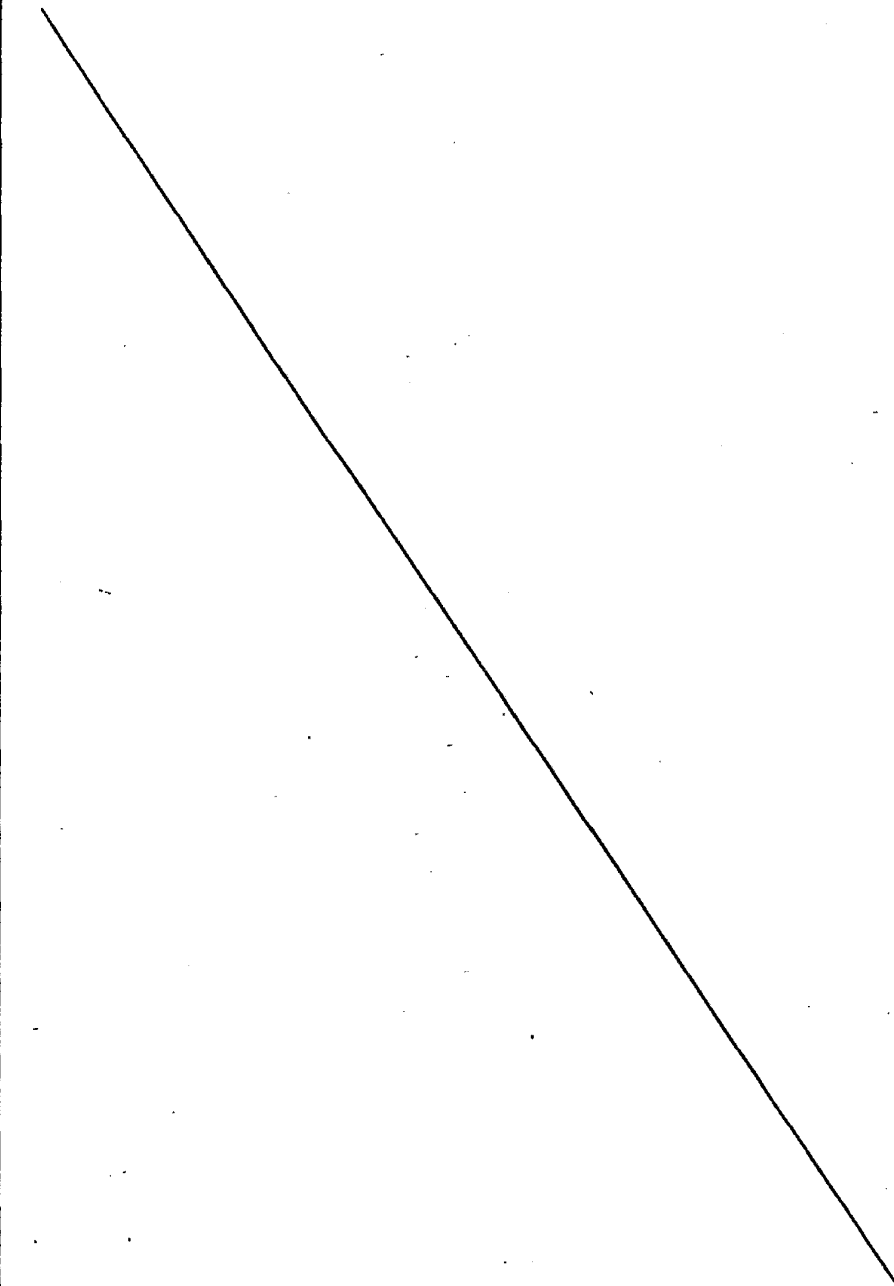
15

20

25

30

05029



1

REIVINDICACIONES

5

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Certificado de Adición en España, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

1ª.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 466.766 presentada el 8 de Febrero de 1978 por: "Procedimiento de densificación bajo presión de mezclas constituidas esencialmente por escayola y un material que aporte agua" según las cuales se obtiene un material

15
densificado, preparado a partir de una mezcla de yeso-escayola, que presenta excelentes propiedades mecánicas e hidrófugas, caracterizadas porque se obtiene según un procedimiento que consiste en emplear yeso escayola pudiéndose aportar el agua, totalmente o en parte, por el yeso, una

20
sal metálica de ácido graso prácticamente insoluble, y en mezclar íntimamente los componentes citados previamente, en colocar la mezcla en un molde, en aplicar una presión tal que el fraguado de la escayola se realice en un tiempo muy breve, y en extraer del molde el objeto así obtenido, sin

25
secado.

2ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracterizadas porque el yeso utilizado tiene una superficie específica Blaine de 200 a 10.000 cm²/g y un contenido de agua que varía de 0 a 40% en peso.

30

3ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracterizadas porque el yeso utilizado es un yeso fosfórico, hú

1 medo, que tiene una superficie específica Blaine de 1000 a
4.000 cm^2/g y un contenido de agua que varía de 15 a 40% en
peso.

5 4ª.- Mejoras según la reivindicación 3ª, caracteri-
zadas porque el yeso utilizado es un yeso fosfórico que ha
experimentado operaciones de purificación por lavado, tra-
tamiento en hidrociclón y tratamiento alcalino.

10 5ª.- Mejoras según la reivindicación 2ª, caracte-
rizadas porque la escayola utilizada tiene una superficie
específica Blaine de 500 a 15.000 cm^2/g .

6ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracte-
rizadas porque la escayola utilizada es un yeso fosfórico que
tiene una superficie específica Blaine de 2.000 a 5.000 cm^2/g .

15 7ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracte-
rizadas porque el agente hidrófugo es una sal metálica de
un ácido graso, tal como ácido esteárico, ácido oleico, áci-
do palmítico.

20 8ª.- Mejoras según la reivindicación 7ª, caracte-
rizadas porque el metal se escoge del grupo formado por cal-
cio, aluminio, bario, plomo, magnesio, zinc, cobre, níquel.

9ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracte-
rizadas porque el agente hidrófugo se escoge del grupo for-
mado por estearatos de zinc, de aluminio y de calcio.

25 10ª.- Mejoras según una de las reivindicaciones 7ª
y 9ª, caracterizadas porque el agente hidrófugo está consti-
tuido por una mezcla de sales metálicas de ácidos grasos.

11ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracte-
rizadas porque el agente hidrófugo es estearato cálcico.

30 12ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracte-
rizadas porque la cantidad de escayola está comprendida en-

1 tre 30 y 99% del peso de la mezcla de sulfato cálcico y yeso.

5 13ª.- Mejoras según la reivindicación 12ª, caracterizadas porque la cantidad de escayola está comprendida entre 30 y 60% del peso de la mezcla de yeso y escayola.

10 14ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracterizadas porque el exceso de agua con relación a la cantidad estequiométrica necesaria para el fraguado ulterior de la mezcla, está comprendido entre 0 y 15% en peso de la mezcla seca.

15 15ª.- Mejoras según la reivindicación 14ª, caracterizadas porque el exceso de agua con relación a la cantidad estequiométrica necesaria para el fraguado ulterior de la mezcla, está comprendido entre 2 y 8% en peso de la mezcla seca.

16ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracterizadas porque la cantidad de agente hidrófugo añadida está comprendida entre 0,2 y 2% del peso de la mezcla seca.

20 17ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracterizadas porque la cantidad de agente hidrófugo añadida está comprendida entre 0,5 y 1,5 % del peso de la mezcla seca.

25 18ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracterizadas porque se emplea el agente hidrófugo escogido, añadiéndolo primeramente a la escayola y, después, se mezcla la escayola a la que se ha añadido el agente hidrofugante, con el yeso.

30 19ª.- Mejoras según la reivindicación 18ª, caracterizadas porque se efectúa una pulverización de agua complementaria, antes de someter la mezcla a la densificación bajo presión.

1 20ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracte-
rizadas porque se introduce el agente hidrófugo en el mo-
mento mismo en que se mezcla la escayola y el yeso, y por-
que se añade seguidamente el agua, si es necesaria.

5 21ª.- Mejoras según la reivindicación 1ª, caracte-
rizadas porque se obtiene según un procedimiento que consis-
te en emplear una escayola fosfórica, cuya superficie especí-
fica Blaine es de 2.000 a 5.000 cm²/g, un yeso fosfórico,
húmedo, que contiene de 15 a 40% en peso de agua y que tie-
10 ne una superficie específica Blaine de 1.000 a 4.000 cm²/g,
estando comprendido el porcentaje en peso de escayola fos-
fórica en la mezcla de yeso fosfórico y escayola fosfórica,
entre 30 y 60%, estando comprendido el exceso de agua con
relación a la cantidad estequiométrica necesaria para el
15 fraguado ulterior de la mezcla, entre 2 y 8%, y una sal me-
tálica del ácido esteárico añadida en una cantidad que varía
de 0,2 a 2% del peso de la mezcla, efectuándose primeramente
el mezclado de la sal metálica del ácido esteárico y de la
escayola fosfórica y añadiendo después el yeso húmedo y pro-
20 cediendo, eventualmente, a una pulverización de agua, colo-
cando la mezcla en el molde, aplicando una presión de den-
sificación inferior a 200 kg/cm², y retirando el objeto del
molde.

25 22ª.- Mejoras introducidas en el objeto de la paten-
te principal nº 466.766, presentada el 8 de Febrero de 1978
por: "Procedimiento de densificación bajo presión de mezclas
constituídas esencialmente por escayola y un material que
aporta agua".

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

P-

Hoja núm. 37

1

Esta Memoria consta de TREINTA Y SIETE hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 13.FEB.1979

P.A.

5

Alberto de Elzabru
Por Poder.



10

15

20

25

30

05029

VAL