



①9



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

①1 Número de publicación: **2 271 506**

⑤1 Int. Cl.:
C04B 11/036 (2006.01)

①2

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧6 Número de solicitud europea: **03293240 .2**

⑧6 Fecha de presentación : **19.12.2003**

⑧7 Número de publicación de la solicitud: **1547984**

⑧7 Fecha de publicación de la solicitud: **29.06.2005**

⑤4 Título: **Procedimiento y aparato para estabilizar yeso.**

④5 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2007

④5 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2007

⑦3 Titular/es: **LAFARGE PLATRES**
500, rue Marcel Demonque
Zone du Pole Technologique-Agroparc
84915 Avignon Cédex 9, FR

⑦2 Inventor/es: **Bold, Jörg**

⑦4 Agente: **Carpintero López, Francisco**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento y aparato para estabilizar yeso.

- 5 Esta invención se ocupa del post tratamiento de un yeso de enlucido calcinado, siendo dicho tratamiento conocido con los términos envejecimiento o estabilización forzada.

Antecedentes de la técnica

- 10 Yeso natural es sulfato de calcio dihidrato (DH) de fórmula $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Los enormes depósitos de yeso natural provienen de rocas con yeso natural o arena de yeso natural. El yeso natural sintético se origina a partir de la producción de ácido fosfórico y más por Desulfuración de Gases de Combustión (FGD).

- 15 El yeso de enlucido (yeso), en este contexto y en la terminología generalmente aceptada en la técnica, es yeso natural parcialmente deshidratado de fórmula $\text{CaSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ donde $x = 0$ a $0,5$, con el potencial para recrystalizar en una estructura sólida cuando se mezcla con una cantidad adecuada de agua.

Calcinado significa el tratamiento térmico de un DH con el fin de eliminar una parte del agua combinada.

- 20 Hemihidrato (HH) o semihidrato (SH) es el hidratado metaestable de fórmula $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$.

Anhidrita III (AIII) es HH deshidratado con el potencial de absorber reversiblemente agua o incluso vapor. La incorporación reversible de agua libera un calor de reacción considerable.

- 25 Anhidrita II (AH) es el producto completamente deshidratado. Está formado a temperaturas más altas y no es bienvenido en estucos y por lo tanto, en calcinados para yesos industriales, se evitan lo más posible las condiciones para crear AII.

- 30 HH y AIII son los productos resultantes de las primeras etapas del calcinado. Que se forme primero AIII o HH depende de la temperatura de calcinado y de la presión de vapor en el ambiente de calcinado.

- 35 Generalmente, los yesos se calcinan bajo condiciones de sequedad, lo que significa en aire caliente o en un recipiente de calcinado calentado indirectamente. Bajo esas condiciones el tamaño y forma de las partículas de DH de origen permanecen esencialmente iguales. Por ello, el yeso resultante es poroso. Es llamado usualmente estuco o yeso de París. El término técnico aceptado es β -Hemihidrato (β -HH).

- 40 El uso posible de los yesos como ligantes resulta de su capacidad para construir una estructura cristalina completamente nueva fuera de una suspensión acuosa. Esto es debido, en primer lugar, a las diferencias muy grandes de solubilidades de HH y DH (aproximadamente 8 g/l vs 2,7 g/l). Por ello, un HH genera una tremenda sobresaturación con respecto a DH. La sobresaturación conduce a la formación de gérmenes y fraguado con rápida recrystalización.

- 45 Normalmente, las sales aumentan su solubilidad con la temperatura. El sulfato de Ca se comporta de manera bastante irregular al descender su solubilidad. Las curvas de solubilidad de HH y DH se cruzan aproximadamente a 100°C . En un intervalo de temperatura entre 85 y 100°C las diferencias de solubilidad son tan pequeñas que virtualmente no comienza a producirse. A 75°C la velocidad de reacción es aún muy baja.

- 50 Debido al tratamiento térmico severo la microestructura física de β -HH está tensa y muy inestable. Por ello puede verse que, en contacto con cualquier líquido, un β -HH se desintegrará parcialmente en partículas muy pequeñas. Sin embargo, al absorber humedad, disminuye la tensión y el fenómeno de desintegración pierde intensidad. Simultáneamente disminuye la velocidad de disolución en agua. A este fenómeno se lo llama "envejecimiento". El término es muy engañoso porque es más un efecto de las condiciones ambientales (humedad, temperatura) que del tiempo.

- 55 Debido al envejecimiento, β -HH tiene la tendencia a cambiar su reología y cinética de fraguado durante el tiempo de manera dramática. La desplazamiento en la reología tiene que ver con la "curación" de defectos cristalinos (puntos de actividad aumentada) en el producto calcinado.

- 60 El punto de partida de las propiedades de desplazamiento depende en gran parte del origen del yeso, la granulometría y las condiciones de calcinado. Existe un consenso muy aceptado de que la adsorción de agua es el principal promotor del envejecimiento. AIII puede tomar tanta humedad como para convertirse en HH. Posteriormente, sorprendentemente, la incorporación de agua continúa hasta aproximadamente 8% de agua combinada, lo que está significativamente por encima del valor teórico de HH, sin formar DH.

- 65 El envejecimiento es un problema en los yesos de la construcción/paredes donde las condiciones de almacenamiento y demora entre el calcinado y la aplicación pueden ser muy variables. En la producción de placas de yeso, el envejecimiento es un problema, también, aunque en menor medida.

ES 2 271 506 T3

Los yesos que alcanzaron virtualmente su estado final de envejecimiento, ofrecen dos ventajas principales:

- a) constancia y fiabilidad;
- b) control de la granulometría y, por ello, de la reología.

Esto tiene el efecto de por ejemplo, sin limitación al mismo:

- menor variación total en la calidad del producto;
- menos agua que secar en la fabricación de placas de yeso;
- menos retardador en yesos de construcción/paredes.
- Menos ultrafinos en placas de fibra con yeso natural, lo que da como resultado una más fácil eliminación de agua.

En la técnica se sabe desde hace mucho tiempo cómo envejecer de manera forzada un yeso. La idea básica es muy simple: ofrecer toda, o incluso más, el agua necesaria de una vez para templar la “sed” del yeso. Este procedimiento se ha llamado “estabilización” en la técnica previa.

Debe notarse que el envejecimiento forzado o estabilización en el sentido en que se usa en la presente invención no es “aridización”, que esencialmente es calcinar en presencia de sustancias delicuescente (ver por ejemplo el Documento US-P-1370581).

El Documento US-P-1.713.879 es aparentemente la primera publicación que se ocupa de la estabilización. Describe la mezcla con agua y/o vapor con un yeso calcinado. El objetivo es reducir la demanda de agua y la elevación de temperatura durante el fraguado. Las cifras son: 5,443 a 6,803 Kg (12 a 15 libras) de agua/min para una tonelada de yeso durante un período de 5 a 6 min (equivalente a 5 a 9% de agua en total). El yeso es de preferencia un “yeso de ebullición única” (es decir esencialmente HH sin AIII). Es una operación del tipo en lotes. No hay mención de temperaturas o características específicas del equipamiento usado. Una variante es la introducción de agua por medio de un vehículo como tierra de diatomeas. El procedimiento se llama envejecimiento (forzado) y no aún estabilización.

El Documento DE-A-553513 describe un procedimiento de tratamiento de yeso calcinado con agua y/o vapor con el fin de obtener el yeso menos pegajoso que tenga menor demanda de agua. La cantidad de agua absorbida es 0,5 a 7%. Usa el calor de reacción de AIII con el objeto de elevar la temperatura. La temperatura final es de entre 80 y 130°C y no debería exceder los 140°C. El documento no describe (límites para el tipo de curado pero da un ejemplo de media hora de tratamiento del yeso con los gases de combustión de un horno rotativo. La temperatura del yeso obtenido es de 95°C. No hay mención acerca del secado pero hay una mención acerca de que el tratamiento puede realizarse en aparatos rotativos, lo que permite un contacto íntimo del vapor con el producto.

El Documento US-P-1999158 menciona y aparentemente cuenta con el Documento US-P-1370581 (aridización). El campo de aplicación es yeso de paredes. La mejora reivindicada se basa en la trituración superfina con el fin de aumentar la plasticidad y de reducir el cambio en el tiempo de fraguado durante el tiempo de almacenamiento prolongado del polvo. La plasticidad está definida por la consistencia US de 65 a 75. La finura del yeso triturado se describe con una parte mayor más pequeña que 10 μm (nótese que el término yeso estabilizado se usa por primera vez).

El Documento US-P-2177668 se ocupa del envejecimiento forzado, el que en este caso es esencialmente la reversión de AIII en HH por el tratamiento del yeso calcinado con grandes cantidades de aire con humedad relativa (RH) aproximada a la ambiental (60% RH) y una temperatura justo por debajo de la temperatura de estabilidad teórica de DH a 42°C.

El Documento US-P-3415910 describe el templado de un yeso caliente con agua mientras se mantiene la temperatura lo suficientemente elevada para evitar la formación de DH (entre 82 y 100°C) y un calentamiento subsiguiente por encima de 102°C (secando hasta 157°C). El contenido de humedad a la mayor temperatura fue 3%. El secado se realizó hasta el punto en el que se obtiene el valor teórico de agua combinada para HH. El procedimiento de preferencia (y el descrito exclusivamente) fue usando un hervidor como calcinador y usando el mismo hervidor como dispositivo para el tratamiento y subsiguiente etapa de secado. El yeso obtenido y reivindicado se caracteriza por: (i) densidad a 20°C = 2,60 g/ml (< 10% por debajo de 1,6 y < 10% por encima de 2,68 g/ml) y (ii) índice de agregación por encima de 8. La Patente describe el papel de la desintegración en la demanda de agua y propiedades reológicas.

El Documento GB-A-122436 es esencialmente equivalente al Documento US-P-3415910. Sin embargo se describen algunas ligeras diferencias e información adicional sugiriendo que el procedimiento ha sido además desarrollado. Por ejemplo, se eleva la humedad máxima hasta 3,5%, la temperatura de calcinado admisible es ahora 160°C. La temperatura de tratamiento en el laboratorio podría ser tan baja como la temperatura ambiental. Una temperatura de

ES 2 271 506 T3

tratamiento de preferencia en la aplicación industrial está entre 92 y 93°C. Una temperatura de secado de preferencia está por encima de 115°C. Los gráficos demuestran el efecto de la humedad libre y del tiempo de curación en la consistencia US sugiriendo que el 3% en 3 min son límites inferiores de operación.

El Documento US-P-3527447 es una mejora sobre el Documento US-P-3415910. Describe la etapa de secado llevada a cabo en un dispositivo separado bajo presión por debajo de la presión atmosférica. Con el fin de mantener el intervalo de temperatura necesario se sugiere un aporte adicional de energía por medio de microondas.

El Documento US-P-4117070 (el Documento US-P-4153373 y el Documento FR-A-2383893 relacionadas) está dirigida a un procedimiento continuo para estabilización sin secado como parte de un procedimiento de producción de placas de yeso. En una forma de realización específica 50 a 75% de la línea de alimentación de placas se tratan con 1 a 8% de agua libre curada durante aproximadamente un minuto y esta alimentación es posteriormente recombinada y mezclada con la parte restante de la alimentación que se cura durante otros tres minutos. La humedad total tras la recombinación es 3-4%. Se describe un recipiente fluidificado y agitado como recipiente de humidificación.

El Documento EP-A-0008947 se ocupa del inconveniente de almacenar yeso húmedo por un tiempo más prolongado. Introduce la noción de “fraguado repentino” que es la máxima elevación de temperatura durante el fraguado. Se describe el fraguado repentino alto como esencial para el desarrollo de una resistencia mecánica adecuada y se reduce sustancialmente por medio de un procedimiento de estabilización. La solución para este inconveniente es triturar el yeso tratado (seco o no) hasta una finura 3 a 4 veces la original (medido en Blaine).

El Documento GB-A-2053178 describe la trituración y humidificación simultáneas en un molino “Entoleter” o similar. El curado se produce tras la reducción del tamaño. El fraguado repentino del Documento EP-A-0008947 se obtiene también por medio de este procedimiento.

Dichos documentos de patente se diferencian por el envejecimiento forzado (es decir templado/humedecido) y la estabilización (es decir templado/humedecido y curado y opcionalmente secado). Reivindican diferentes enfoques para obtener un yeso envejecido o estabilizado y especifican granulometrías adecuadas par uso en la producción de placas de yeso.

Cada procedimiento de estabilización incluye las etapas de humidificación y curado. La humidificación es la parte más delicada, pero el curado también tiene algunos inconvenientes. Dos principales inquietudes son: (1) rehidratación no intencional, que crea DH, actuando como semillas de cristalización en suspensiones de yeso y (2) acumulaciones o incrustaciones en el equipo.

La formación de DH se produce si están en contacto agua líquida y yeso durante cierto tiempo bajo condiciones termodinámicas que permiten la reacción que se produce a temperaturas inferiores. Resulta obvio que la humidificación de un ligante como el yeso lleva inevitablemente a la formación de grumos y que toda superficie en contacto con el producto húmedo y/o el líquido de humidificación tiene tendencia a acumular incrustaciones de material potencialmente endurecido. Los problemas son más pronunciados en la parte de humidificación de los dispositivos porque la humidificación incluye la mezcla que produce polvo e incluye la presencia de agua que puede llevar a condensación.

Lo que se ha descrito en la técnica relacionada con respecto a la solución de los problemas mencionados anteriormente no es satisfactorio. En el Documento US-P-3415910, el uso de un hervidor con la necesidad de enfriar y el recalentar todo el equipo tiene un coste elevado de energía y tiempo. El Documento US-P-4153373 describe como aparato de humidificación un recipiente fluidizado y agitado usado en el proceso de tratamiento de yeso en la producción de placas de yeso. Aquí, la formación de trazas de DH no es riesgosa porque el yeso debe acelerarse de cualquier manera en la línea de placas de yeso. El Documento GB-A-2053178 combina la humidificación y la trituración en una etapa también en el contexto de la producción de placas de yeso. Se evitan aquí las incrustaciones por medio de fuerzas de rotura pero el tema de DH permanece sin resolver.

Resumen de la invención

La presente invención tiene como objetivo resolver los problemas y provee un procedimiento para estabilizar un yeso β -Hemihidrato (β -HH) y un aparato para implementar el procedimiento. Se ha visto que la formación de incrustaciones y los problemas de DH pueden solucionarse manteniendo condiciones desde humidificación hasta el secado donde no puede tener lugar la hidratación de HH. En la invención, están controladas las condiciones higrotérmicas en el espacio de tratamiento en el espacio de tratamiento y está controlada la temperatura de las partes en contacto con el producto.

Podrían tomarse medidas mecánicas adicionales para prevenir acumulaciones de productos en las partes del equipo involucradas.

Por ello, la invención provee un procedimiento y un aparato como se definen en las reivindicaciones.

Breve descripción de los dibujos

Las formas de realización de la invención se describen con referencia a los dibujos que la acompañan, en los que:

- la figura 1 es un esquema general del procedimiento total de la invención;
- las figuras 2a y 2b muestran una forma de realización de preferencia de un dispositivo de humidificación;
- la figura 3 muestra una forma de realización de preferencia de un dispositivo combinado de humidificación/curado;
- la figura 4 muestra una forma de realización de preferencia de un dispositivo combinado de humidificación/curado/secado.

Descripción detallada de las formas de realización de la invención

Como se indicó anteriormente, la invención provee un procedimiento para estabilizar un yeso β hemihidrato calcinado por medio de humidificación y curado y opcionalmente secado que comprende las etapas de:

- a) proveer un yeso HH calentado de preferencia a temperaturas por encima de 100°C;
 - b) incorporar el yeso caliente en un dispositivo de humidificación con las paredes calentadas al menos a 100°C;
 - c) inyectar agua y/o vapor en el dispositivo de humidificación en condiciones tales que las superficies aún no humedecidas del yeso se expongan al agua y/o vapor inyectado;
 - d) mantener una atmósfera en el dispositivo de humidificación a un nivel del punto de rocío en el intervalo desde 75 hasta 99°C; incorporando la mezcla humedecida en el dispositivo de curado;
 - e) mantener una atmósfera en el dispositivo de curado por encima de 75°C, de preferencia entre 75 y 99°C, durante al menos 3 minutos, de preferencia entre 4 y 15 minutos;
 - f) incorporar la mezcla humidificada y curada en un dispositivo de secado; y
 - g) secar dicha mezcla humidificada y curada.
- Opcionalmente, el procedimiento puede comprender las siguientes etapas:
- h) triturar el producto seco; y/o
 - i) enfriar el producto seco, donde el enfriamiento puede tener lugar previamente o tras la etapa de trituración.

En el procedimiento anterior, resulta de preferencia proveer una medida de la cantidad de agua y/o vapor combinado como para obtener 3 a 12%, en base al peso del HH, de humedad libre en la mezcla humidificada.

En el procedimiento anterior, la atmósfera de humidificación y/o curado puede controlarse: (1) controlando el flujo de aire externo a través del dispositivo de humidificación y/o curado y/o (2) controlando el calentamiento de las paredes del dispositivo de humidificación y/o curado.

El procedimiento descrito anteriormente puede realizarse en lotes o de manera continua, siendo esta última la de preferencia. En este caso alguna de las etapas mencionadas (y los dispositivos correspondientes) podrían ser zonas de un único dispositivo. En una forma de realización se combinan humidificación y curado en el mismo aparato.

Por lo tanto, las etapas d), e) y f) de preferencia están combinadas en una etapa única de “humidificación y curado”. También de preferencia las etapas h) e i) están combinadas.

La Figura 1, que es un esquema general de cómo trabaja el tratamiento, describe cada etapa y la potencial combinación de varias etapas, con las formas de realización de preferencia de la invención.

En lo que respecta a las etapas a) y b), debería notarse que el procedimiento debe realizarse a temperatura elevada para evitar la rehidratación. En una etapa de estabilización, implementada en una planta de yeso, el yeso sale del dispositivo de curado generalmente a temperatura en el intervalo desde 155 hasta 180°C. Durante las primeras etapas de transporte se enfría generalmente hasta 120 a 140°C. En el caso de un ámbito de temperaturas superiores, se hace necesario un enfriamiento del yeso. Como el yeso debe humedecerse, el enfriamiento puede realizarse por inyección directa de agua que enfriará por evaporación y por intercambio de calor. Si se realiza el enfriamiento en el mismo dispositivo que la humidificación, una ventaja adicional es la generación de suficiente vapor como para crear una alta humedad en la atmósfera del dispositivo de humidificación elevando el punto de rocío hasta la temperatura deseada de 75 a 99°C.

ES 2 271 506 T3

En lo que respecta a las etapas c) y d), debería notarse que en el proceso de estabilización podría estar presente agua líquida. Cuando se inyecta agua sola es claro que esa agua estará presente. Cuando se usa vapor, se produce condensación en las partes más frías. Si la oferta de agua es localmente mayor que la demanda por la capacidad absorbente del yeso presente, las partículas de yeso se pegarán unas a otras y formarán grumos más o menos persistentes.

5 Si el agua se adhiere a una parte del equipo, el yeso se pega en esta parte. Por lo tanto, de preferencia el agua y/o vapor se mide de manera que la condensación, si la hay, producirá la cantidad necesaria de agua.

Se conoce el intervalo de porcentaje de agua agregada y la correspondiente necesidad de curado. La técnica relacionada muestra que hay cierta evolución en el campo también con cantidades crecientes de agua agregada y tiempo

10 de curado. A valores elevados el cambio llega a la "saturación". Con el fin de evitar el cambio de propiedades resulta de preferencia trabajar en este nivel de "saturación". Se alcanza por encima del 3% de humedad libre y por encima de 3 minutos de curado. Con cantidades grandes de agua agregadas el comportamiento del yeso se acercará al del yeso calibrado normalmente. Un límite superior de humedad libre es por ello de preferencia de 12%.

15 En lo que respecta a la etapa e), debería notarse que mantener la temperatura alrededor del punto de rocío es importante porque esta es la temperatura de equilibrio entre temperatura y velocidad de evaporación. De otra manera, la temperatura del sistema cambiará rápidamente hacia el punto de rocío. Si ingresa aire externo con un punto de rocío bajo en el dispositivo, enfriará inevitablemente el producto aún cuando el aire esté más caliente que el producto.

20 Puede controlarse la atmósfera introduciendo aire y/o calentando las paredes. El calentamiento de las paredes se realiza de cualquier manera para evitar condensación. La transferencia de calor a través de las paredes puede contribuir al régimen térmico por compensación de pérdidas de calor por evaporación. En este caso la temperatura del producto puede estar ligeramente por encima del punto de rocío.

25 En lo que respecta a la etapa f), debería notarse que el tiempo de curado también es un parámetro importante. El tiempo necesario depende de la naturaleza del yeso, la temperatura y la humedad. El tiempo mínimo necesario es de 3 minutos. Sin embargo resultan de preferencia tiempos más largos porque tenderá a caer más adentro del dominio de saturación. Los tiempos de curado típicos son de 4 hasta 15 minutos.

30 En lo que respecta a la etapa h), debería notarse que la temperatura de secado no es crítica en primer lugar y puede ir hasta aproximadamente 160°C (ver los documentos previamente citados en "Antecedentes de la Técnica"). Sin embargo, se ha visto que secando a temperaturas más bajas se consiguen resultados más reproducibles. Resulta de preferencia una temperatura de producto por debajo de 115°C. Un procedimiento especial de secado trabaja a temperatura por debajo de 105°C. Se ha visto que bajo esta condición el secado se detiene en un contenido total de

35 agua de aproximadamente 7,0% LOI (Pérdida de Ignición). La LOI es significativamente mayor que la teórica de 6,2%. (Todas las cifras basadas en 100% de pureza del yeso). Sorprendentemente, los yesos con esta LOI no recombinan, como podría esperarse, el exceso estequiométrico de agua para dar DH. Es admisible inclusive una LOI de 8%. A este respecto existen yesos similares envejecidos naturalmente en condiciones severas (60°C y 90% HR durante más de 24 horas).

40 En lo que respecta a la etapa i), debería notarse que la trituration necesaria para conseguir la finura requerida depende en gran parte de la naturaleza del yeso natural crudo usado y del uso proyectado para el yeso estabilizado. Para fines de modelado como para la fabricación de placas de yeso resulta óptima una finura de aproximadamente $d_{50} = 15$ a $22 \mu\text{m}$. Para procesos de filtración la distribución natural de tamaño de partículas (PSD) de yeso natural FGP

45 es muy adecuada. Para procesos de compresión-filtración resulta de preferencia un PSD amplio. En cualquier caso, el PSD dado por un procedimiento de trituration y/o selección se mantiene en la suspensión acuosa. Puede obtenerse también una distribución bimodal, especialmente comenzando a partir de yeso natural FGD.

En lo que respecta a la etapa j), debería notarse que muy frecuentemente β -HH tiene un cierto porcentaje de AIII. En contacto con agua AIII se rehidrata formando HH. En yesos corrientes AIII juega un papel útil en la absorción de

50 humedad. Si se almacena yeso en bolsas, la humedad difunde desde el exterior. Al absorben esta humedad, AIII actúa como un tampón y previene durante cierto tiempo la alteración de las propiedades inducida por dicha humedad. El yeso caliente almacenado en un silo se enfriará lentamente desde las paredes. Este proceso puede inducir condensación cerca de las paredes. AIII suficiente puede prevenir la formación de DH. Un yeso estabilizado no tiene AIII. Por ello,

55 si se lo almacena en un silo debería enfriarse suficientemente para evitar la condensación. Por consiguiente, puede ser útil tener una etapa determinada de enfriamiento.

El β -HH estabilizado de la invención es estable con respecto a la cinética de desintegración y fraguado. Está sustancialmente libre de AIII y su agua combinada está por encima del valor teórico. Puede obtenerse cualquier PSD,

60 adaptada a su uso específico, triturando, tamizando y/o mezclando.

El β -HH estabilizado de la invención es útil como ligante y/o relleno en paredes de yeso, para la producción de placas de fibras con yeso natural de acuerdo con un procedimiento de filtración, para la producción de placas de yeso, para yesos industriales, para compuestos para tapar juntas, para placas de fibra con yeso natural de alta resistencia de

65 acuerdo con un procedimiento de presión-filtración, etc.

Para cada aplicación hay una PSD específica óptima de la suspensión acuosa del yeso y puede obtenerse apropiadamente mediante una trituration adecuada de un yeso tratado de acuerdo con la presente invención.

ES 2 271 506 T3

Por ejemplo, se pueden citar:

- d50 de 30 a 100 μm : como ligante y/o relleno en paredes de yeso.
- 5 - d50 de 20 a 30 μm : para la producción de placas de fibra con yeso natural de acuerdo con el procedimiento de filtración.
- d50 de 15 a 22 μm : para la producción de placas de yeso.
- 10 - d50 de 10 a 20 μm : para yesos industriales y/o para compuestos para rellenar juntas.
- bimodal con un primer pico en 3 a 10 μm y un segundo pico en 20 a 60 μm : para la producción de placas de fibra con yeso natural de alta resistencia por el procedimiento de presión-filtración.

15 Los dispositivos para implementar el procedimiento de la invención deberían poder operarse bajo las condiciones higrotérmicas indicadas. Para la parte de humidificación/curado por ej. es adecuado un triturador de eje rotativo como los usados para fertilizantes o un dispositivo similar a un mezclador de pegamento para placas de partículas con una cubierta húmeda. También resulta adecuado un triturador air mix® con aire cargado de vapor y paredes calentadas. Para la parte de secado resulta adecuado cualquier secador para polvos (a condición de que no permita el enfriamiento del yeso húmedo en condiciones que permitan la rehidratación).

20 Las Figuras 2a y 2b (vista lateral de 2a a lo largo de las líneas AA) muestran una forma de realización de la invención. El dispositivo de humidificación comprende un tambor 1 rotando en un espacio calentado 2. El tambor está apoyado en columnas 3 y controlado por un motor 4 fuera del espacio calentado de manera que la superficie completa del tambor, potencialmente en contacto con el yeso, es calentada. La alimentación y extracción se realizan por medio de tornillos sinfín de transporte. El tornillo sinfín de alimentación 5 es un tornillo de medición. Un cierto nivel de producto se mantiene en la tolva 6 (equipada con un sensor de nivel) con el fin de sellar el interior del tambor desde el exterior. El tornillo sinfín de extracción 7 funciona a una velocidad adecuada para extraer el yeso que ingresa. El producto se recoge en la caja de descarga y se extrae finalmente por un disco extractor 19. la humidificación se realiza a través de boquillas pulverizadoras de dos fases (vapor-agua) 11. La medición se lleva a cabo en un dispositivo adecuado como por ejemplo una combinación de medidor de flujo y válvula de control 9. El interior del tambor está equipado con palas (elevables) 10 capaces de levantar el yeso y liberarlo sucesivamente como se muestra con las flechas en la Fig. 2b. La cascada de yeso se vaporiza con agua y/o vapor. Las boquillas vaporizadoras están protegidas para no quedar cubiertas por yeso por un techo 12 que se limpia constantemente por medio de las palas pasantes 10. Una característica no mostrada en los dibujos es que las palas en el área del techo están fijadas en muelles de acero. El techo está ligeramente inclinado de manera que las palas quedan bajo tensión y vuelven hacia atrás una vez que pasaron por el techo. Posteriormente golpean un obstáculo. El golpe sacude potenciales acumulaciones. El tambor se calienta desde la base externa por medio de una hilera de quemadores de gas 14. Su poder se controla por la temperatura T2 medida en la parte superior del tambor que controla una válvula 13; puede también tener en cuenta la temperatura T1 del yeso en la tolva 6. La temperatura del producto en la descarga es esencialmente el punto de rocío de la atmósfera en el tambor. Se mide por la temperatura T3 que controla el flujo de aire a través de la válvula de aleta 15 con el fin de mantener el producto a una temperatura dada. El aire extraído aquí está más o menos saturado con vapor. También una temperatura T4 controlará la válvula 16 para controlar el flujo de aire en la zona de humidificación y de acuerdo con la atmósfera en esta zona. Otra válvula de aleta 20 deja que el aire exterior diluya el aire húmedo para evitar la condensación en el filtro. Un ventilador 17 provee la potencia necesaria para la entrada de aire. Una brecha entre el tambor 1 y la placa de cubierta 21 provee la entrada para el aire externo. El tamaño necesario para el dispositivo de humidificación resulta de la cantidad de salida con respecto al ingreso y el tiempo necesario para el procedimiento de humidificación. Generalmente es necesario un minuto para vaporizar (espacio 22); otros dos minutos son recomendables para homogeneizar (espacio 23). La tabla a continuación indica las dimensiones razonables para un tambor de humidificación usando los tiempos mencionados anteriormente:

55	Capacidad [t/h]	10	20	40
	Diámetro [m]	1,0	1,3	1,6
	Longitud [m]	3,0	4,0	5,0

60 Como el período de curado se realiza bajo las mismas condiciones higrotérmicas que la humidificación, resulta obvio que convenientemente se realiza en el mismo equipamiento extendido como para permitir el tiempo proyectado de residencia.

65 Las Figuras 3a y 3b (vista lateral de 3a a lo largo de las líneas AA9 muestran otra forma de realización de la invención. Así, la Figura 3 muestra una variante del dispositivo en la figura 2. Las mismas referencias designan a las mismas partes. La zona de curado (espacio 24) está unida a la parte de humidificación pero es de un diámetro mayor. Está separada de ella por una barrera 25. Las dimensiones razonables de la zona de humidificación son:

ES 2 271 506 T3

Capacidad [t/h]	10	20	40
Diámetro [m]	1,4-1,6	1,8-12,0	2,3-2,6
Longitud [m]	4,2-3,2	5,3-4,0	6,7-5,0

5

El secado del yeso curado puede realizarse de muchas maneras conocidas en la técnica. Un secador de vapor es adecuado pero consume relativamente mucha energía por los grandes volúmenes de aire movidos a través de un ciclón y un sistema bag-house.

10

La Figura 4 muestra otra forma de realización en la que se combinan las etapas de humidificación, curado y secado. En la primera parte del tambor tienen lugar la humidificación y curado en un tambor diseñado como en la figura 2 pero ya no para proveer un espacio de curado. Unida, en prolongación de este tambor, pero separada por una pared con muescas 26, está una segunda parte 27 del tambor que se calienta más desde el exterior y se ventila con aire caliente. El paso del aire caliente se muestra con la flecha 28. En la parte 27 se seca la humedad a temperaturas del producto que no exceden los 110°C y de preferencia por debajo de 105°C.

15

En otra forma de realización de la invención se combinan las etapas de secado y trituración. El triturado-secado como con Impmill® o un Ultrarotor® y muchos otros combinan secado con triturado. Tal combinación es útil cuando debe triturarse finamente el yeso.

20

Otra combinación de preferencia es trituración y enfriamiento. Si el producto deja la etapa de secado de acuerdo con la forma de realización de la Figura 4, su temperatura ya es relativamente baja. Puede quedar un pequeño porcentaje de humedad. El aire forzado a través del triturador secará la humedad remanente y enfriará simultáneamente.

25

Los siguientes ejemplos ilustran la invención sin limitar su alcance.

Para el objetivo de probar el procedimiento de la invención, se fabricó una instalación piloto de trabajo continuo. El piloto fue del tipo mostrado en la Figura 2 (salvo que en vez de la rotación en un espacio calentado, el tambor tenía una doble cubierta calentada con gas). El piloto se alimentó con yeso de origen FGD que había sido calcinado en un calcinador rotativo calentado indirectamente con vapor. La temperatura de alimentación en la entrada en el piloto fue en promedio de 120°C. La capacidad fue de 150 kg/h para las etapas combinadas de humidificación, curado y secado. La humedad se estableció en 4% ± 1%. El tiempo de residencia promedio se estableció en 16 minutos. En el modo combinado de humidificación y secado el piloto simuló el aparato diseñado en la Figura 4. Si se considera una humedad libre por debajo de 2% al comienzo del procedimiento de secado puede asumirse que el tiempo de humidificación y curado juntos fue del orden de 5 a 10 minutos (que es aproximadamente el nivel de saturación). Los parámetros de control para el producto fueron la temperatura y la humedad. El procedimiento pudo controlarse por medio del flujo de aire que se permitió pasar por el tambor en contracorriente y la temperatura externa de calentamiento. El flujo de aire se reguló por medio del ancho de la brecha en el lado de alimentación con el fin de mantener la temperatura del producto en el nivel requerido. La temperatura de calentamiento externo alcanzó los 185°C. Bajo esas condiciones el producto dejó el tambor a una temperatura de 100 ± 5°C y un LOI de 6,5 a 7,5%. En el modo de humidificación el espacio interno fue cerrado para evitar intercambio significativo de aire. El producto en la descarga perdió un máximo de dos por ciento de la humedad original. El calentamiento externo alcanzó los 125°C. La temperatura del producto descargado fue de alrededor de 85 ± 10°C. En este modo sólo la presencia de DH fue de interés. Se secaron rápidamente pequeñas muestras en un horno a 50°C y se probaron en busca de agua combinada y por Análisis Térmico Diferencial (DTA).

30

35

40

45

Se probaron las siguientes muestras de yeso, que se presentan en la tabla a continuación. Todas las muestras están hechas de la misma fuente de yeso natural crudo que es yeso natural FGD de una planta térmica de lignito de Alemania y todas están calcinadas en la misma planta de yeso que usa horno rotativo de vapor indirecto. Las muestras 1a, 1b, 2, 3 y 4 son de tipo convencional. Las muestras 5 a 9 son de acuerdo con la invención.

50

TABLA 1

Muestra	Tipo
1a	Yeso natural FGD calcinado, no triturado, de silo
1b	Yeso natural FGD calcinado, no triturado, tras calcinado
2	Yeso natural FGD calcinado, no triturado, tras 4 meses de almacenamiento en bolsa de plástico
3	Yeso natural FGD calcinado triturado a d50 = 28 µm, fresco
4	Muestra 3 almacenada 24 h a 35°C/90HR (envejecimiento forzado convencional)

55

60

65

ES 2 271 506 T3

TABLA 1 (continuación)

Muestra	Tipo
5	Humidificado, curado, secado, enfriado, no triturado, fresco
6	Muestra 5 pero tras 4 meses de almacenamiento
7	Muestra 5 pero triturado a $d_{50} = 24 \mu\text{m}$
8	Muestra 5 pero triturado a $d_{50} = 12 \mu\text{m}$
9	Muestra 5 pero triturado a $d_{50} = 5 \mu\text{m}$
10	50% muestra 6, 50% muestra 8

Para el objetivo de determinar la estabilidad mecánica del yeso definimos primero:

Slump es el diámetro de una torta de suspensión producida con un anillo de Schmidt, y slump 1 es el slump de un yeso calibrado a mano mientras que slump 2 es el slump de un yeso calibrado con una mezcladora de paletas de tipo Braun® MR400, 300 W durante 20 segundos. La relación Agua/Yeso (A/Y) se mantiene en 0,75.

Para el objetivo de juzgar la estabilidad definimos como referencia el slump de un yeso estabilizado de una PSD dada con el slump de un yeso dado de la misma PSD. El factor de estabilidad 1 es la relación de los slumps calibrados a mano. El factor de estabilidad 2 es la relación de los yesos mezclados. Todos estaban en la relación A/Y de 0,75.

La PSD de los yesos se mide por Granulometría Láser del tipo Malvern® Mastersizer, con el yeso dispersado por tratamiento ultrasónico en alcohol.

Para el objetivo de determinar la filtrabilidad mezclamos 100 g de yeso con 500 g de agua (conteniendo suficiente retardador para permitir la operación sin fraguado). Se coloca la suspensión en un cilindro de 80 mm de diámetro. Aire a presión de 1 bar empuja el agua a través del filtro. Se registra el agua liberada con respecto al cuadrado del tiempo. En este caso se obtienen curvas lineales. La tangente de las curvas da una indicación de la filtrabilidad del yeso. Como anteriormente, la filtrabilidad 1 se refiere al calibrado a mano mientras que la filtrabilidad 2 se refiere a suspensiones mezcladas. A mayor valor más rápida es la filtración. Un factor de estabilidad 3 se define como la relación entre dos tangentes. Da una indicación de cuánto se afecta la filtrabilidad con el proceso de mezclado.

Debe notarse que la tangente medida de esta manera es sólo un simple indicador. Para traducirla a tiempos de filtrado necesarios para un dado porcentaje de agua liberada debe leerse el diagrama y calcularse los cuadrados de los valores de las abscisas.

La siguiente tabla muestra las propiedades de diversas muestras de yesos.

(Tabla pasa a página siguiente)

Muestra	Agua combinada %	Consistencia US	Slump 1 mm	Slump 2 mm	Factor de estabilidad 1	Factor de estabilidad 2	Filtrabilidad 1	Filtrabilidad 2	Factor de estabilidad 3
1a	5,6	-	150	220	-	-	-	-	-
1b	5,4	-	140	130	-	-	-	-	-
2	5,8	-	130	135	0,65	0,57	35	9	0,28
3	5,8	66	225	180	0,94	0,71	9	5,5	0,62
4	7,2	-	205	245	1,03	1,04	-	-	-
5	7,2	-	195	230	0,98	0,98	-	-	-
6	7,0	-	200	235	1,00	1,00	-	-	-
7	7,0	56	240	255	1,00	1,00	-	-	-
8	6,7,	62	265	290	-	-	13	10	0,88
9	7,0	74	210	230	-	-	-	-	-
10	7,0	60	-	-	-	-	27	23	0,85

ES 2 271 506 T3

La muestra 2 vs. muestra 4 muestra el efecto del envejecimiento convencional.

Los valores en la tabla también muestran que el envejecimiento acelerado de acuerdo con la invención rinde esencialmente el mismo producto que el envejecimiento convencional que necesita más tiempo.

La muestra 2 vs. muestras 5 y 6 muestra claramente el efecto del tratamiento de la invención en el material sin triturar con respecto a slumps y factores de estabilidad de cualquier tipo. Lo mismo es verdad para la comparación de muestra 3 vs. muestra 7. Inclusive con PSD ligeramente más bajo, los valores de slump de la muestra 7 son mucho mayores que con la muestra 3. El slump 2 es aún mayor que el slump 1.

La comparación de la muestra 7 con la muestra 8 muestra que una finura de $d_{50} = 12 \mu\text{m}$ da una mejor fluidez que el material grueso. Este fenómeno es tan sorprendente como el valor absoluto de slump 2 de la muestra 8. Igualmente sorprendentes son los valores absolutos de slump 1 y 2 de la muestra 9. con un material sin tratar podría esperarse menos de 150 mm. La filtrabilidad de la muestra 8 es mejor que la de la muestra 3 con un PSD más grueso.

Sorprendentemente la muestra 10 que es una mezcla de 50% de muestra 5 y 50% de muestra 8 da filtrabilidades de aproximadamente el promedio de ambas. Traducido en tiempos de filtración, la relación muestra 7/muestra 5 es 6,3, mientras que la relación muestra 8/muestra 10 es 2,2.

Comparado con el producto estándar de yeso no tratado, los yesos tratados como en las muestras 7 a 9 tienen considerables ventajas en muchas aplicaciones donde se necesita una baja demanda de agua o una alta fluidez para una relación A/Y dada. Este es el caso de la producción de placas de yeso o productos prefabricados (moldeados) de cualquier clase.

Para yesos industriales, además de la baja demanda de agua, es primordial la constancia. Los yesos tratados de acuerdo con la invención ofrecen esta constancia en diferentes lotes de producción y durante largos períodos de almacenamiento porque están tratados en el nivel de saturación.

La resistencia a la destrucción mecánica durante el mezclado de yesos tratados no coincide con los yesos convencionales. Por lo tanto son más adecuados para aplicación donde se necesita una buena filtrabilidad, como en el caso de placas de fibras con yeso natural. Una aplicación de los yesos, frecuentemente olvidada en la técnica, es el uso como ligante en productos reforzados con fibras hechos de una pulpa de fibras y yeso, donde debe eliminarse una cantidad considerable de agua excedente ya sea por succión o por filtrado con compresión. La resistencia a la destrucción mecánica durante el mezclado de yesos tratados de la invención no coincide con los yesos convencionales. Por lo tanto son más adecuados para aplicaciones donde se necesita una buena filtrabilidad, como es el caso de placas de fibras con yeso natural.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para estabilizar un yeso β -hemihidrato calcinado que comprende las etapas de:

a) proveer un yeso HH calentado de preferencia a temperaturas por encima de 100°C;

b) incorporar el yeso caliente en un dispositivo de humidificación con las paredes calentadas al menos a 100°C;

c) inyectar agua y/o vapor en el dispositivo de humidificación en condiciones tales que las superficies aún no humedecidas del yeso se expongan al agua y/o vapor inyectado;

d) mantener una atmósfera en el dispositivo de humidificación a un nivel del punto de rocío en el intervalo desde 75 hasta 99°C;

e) incorporar la mezcla humedecida en un dispositivo de curado;

f) mantener una atmósfera en el dispositivo de curado por encima de 75°C durante al menos 3 minutos;

g) incorporar la mezcla humidificada y curada en un dispositivo de secado; y

h) secar dicha mezcla humidificada y curada.

2. El procedimiento de la reivindicación 1, que además comprende las etapas de:

i) triturar el producto seco; y/o

ii) enfriar el producto seco, donde el enfriamiento puede tener lugar previo o tras la etapa de trituración, si la hay.

3. El procedimiento de la reivindicación 1 ó 2, en el que el yeso de la etapa a) tiene una temperatura de 100 a 135°C.

4. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que las paredes se calientan a una temperatura de 100 a 150°C.

5. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que se inyecta agua y vapor por medio de una o varias boquillas de dos fases.

6. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que se vaporiza agua y/o vapor en una cascada de polvo de yeso.

7. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que se vaporiza agua y/o vapor en un lecho fluidizado de polvo de yeso.

8. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la humedad libre, en base al peso del hemihidrato, es desde 3 hasta 12%, de preferencia 3,5 a 6%.

9. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el punto de rocío de la etapa d) es 80 a 95°C.

10. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la etapa de curado f) se lleva a cabo mientras se mantiene una atmósfera en el dispositivo de humidificación a un nivel de punto de rocío en el intervalo desde 75 hasta 99°C.

11. El procedimiento de la reivindicación 10, en el que el punto de rocío de la etapa f) es de 80 a 95°C.

12. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el tiempo de curado es de 4 a 15 minutos, de preferencia de 5 a 10 minutos.

13. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que las etapas d), e) y f) están combinadas en una etapa única del procedimiento.

14. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 13, en el que las etapas h) e i) están combinadas en una etapa única del procedimiento.

15. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 14, en el que el dispositivo de secado es un dispositivo calentado indirectamente con vapor y la temperatura del producto es de 80 a 110°C, de preferencia de 95 a 105°C.

ES 2 271 506 T3

16. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 14, en el que el dispositivo de secado es un dispositivo calentado por aire y la temperatura del producto es de 50 a 95°C, de preferencia de 60 a 80°C.

5 17. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, en el que el yeso así obtenido está libre de Anhídrido III y sustancialmente libre de dihidrato.

18. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, en el que el yeso así obtenido tiene un LOI de 6,2 a 8%, de preferencia de 6,2 a 7,3%, calculado con una pureza de 100%.

10 19. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 18, en el que el yeso así obtenido tiene d50 de 30 a 100 μm o una d50 de 20 a 30 μm o una d50 de 15 a 22 μm o una d50 de 10 a 20 μm , o es bimodal con un primer pico en 3 a 10 μm y un segundo pico en 20 a 60 μm .

15 20. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 19, en el que el yeso se origina de yeso natural FGD o cualquier subproducto químico de yeso natural.

21. Un aparato para humidificar yeso β hemihidrato que comprende un tambor rotativo con palas elevables en su interior donde todas las paredes en contacto con el producto se calientan externamente a temperaturas por encima de 100°C.

20 22. El aparato de la reivindicación 21 que tiene un volumen utilizable de más de 1/20 el volumen incorporado por hora.

25 23. El aparato de las reivindicaciones 21 ó 22 equipado con una o más boquillas para pulverización de dos fases de agua con vapor.

24. El aparato de una cualquiera de las reivindicaciones 21 a 23 equipado con una o más boquillas y donde las boquillas están cubiertas con un techo ubicado de tal manera que las palas elevables limpiarán el techo al rotar.

30 25. El aparato de una cualquiera de las reivindicaciones 21 a 24, en el que las palas elevables están suspendidas en muelles de torsión.

35 26. El aparato de las reivindicaciones 21 y 25 en el que el techo está inclinado de tal manera que las palas suspendidas en los muelles harán presión en el techo al rotar y golpearán un obstáculo al liberarse.

27. Un aparato para humidificación y curado de yeso β hemihidrato que comprende un espacio de curado unido a un aparato de humidificación de cualquiera de las reivindicaciones 21 a 26, rotando en el mismo eje.

40 28. Un aparato para humidificación y curado de yeso β hemihidrato que comprende un espacio de secado unido a un aparato de humidificación y curado de la reivindicación 27, rotando en el mismo eje.

29. El aparato de la reivindicación 28, con el espacio de secado conectado por ductos de aire con el espacio calentado desde el exterior.

45 30. El aparato de la reivindicación 28 ó 29, con el espacio de secado calentado desde el exterior a una temperatura de pared superior a 125°C.

31. El aparato de la reivindicación 29 ó 30, con el aire que pasa desde el exterior hacia el interior calentado a temperatura superior a la del espacio exterior previamente a pasar al interior.

50 32. El uso de yeso obtenible por el procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20, con una d50 de 30 a 100 μm como un ligante y/o relleno en paredes de yeso.

55 33. El uso de yeso obtenible por el procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20, con una d50 de 20 a 30 μm para la producción de placas de fibras con yeso natural de acuerdo con un procedimiento de filtración.

34. El uso de yeso obtenible por el procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20, con una d50 de 15 a 22 μm para la producción de placas de yeso.

60 35. El uso de yeso obtenible por el procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20, con una d50 de 10 a 20 μm para yesos industriales y/o compuestos para rejuntado.

65 36. El uso de yeso obtenible por el procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20, bimodal con un primer pico en 3 a 10 μm y un segundo pico en 20 a 60 μm para la producción de placas de fibra con yeso natural de alta resistencia por el procedimiento de presión-filtración.

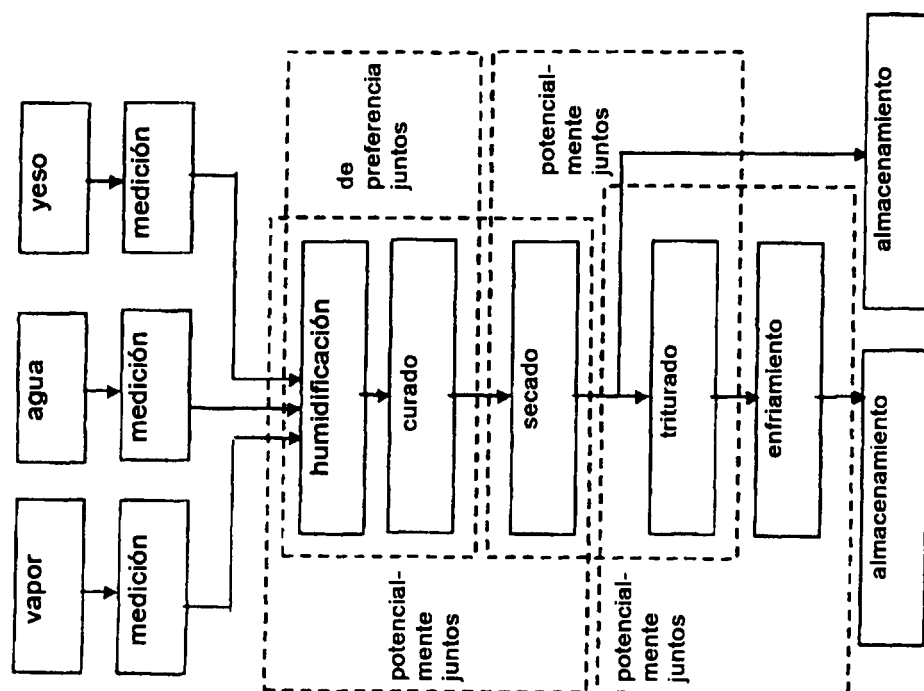


Figura 1

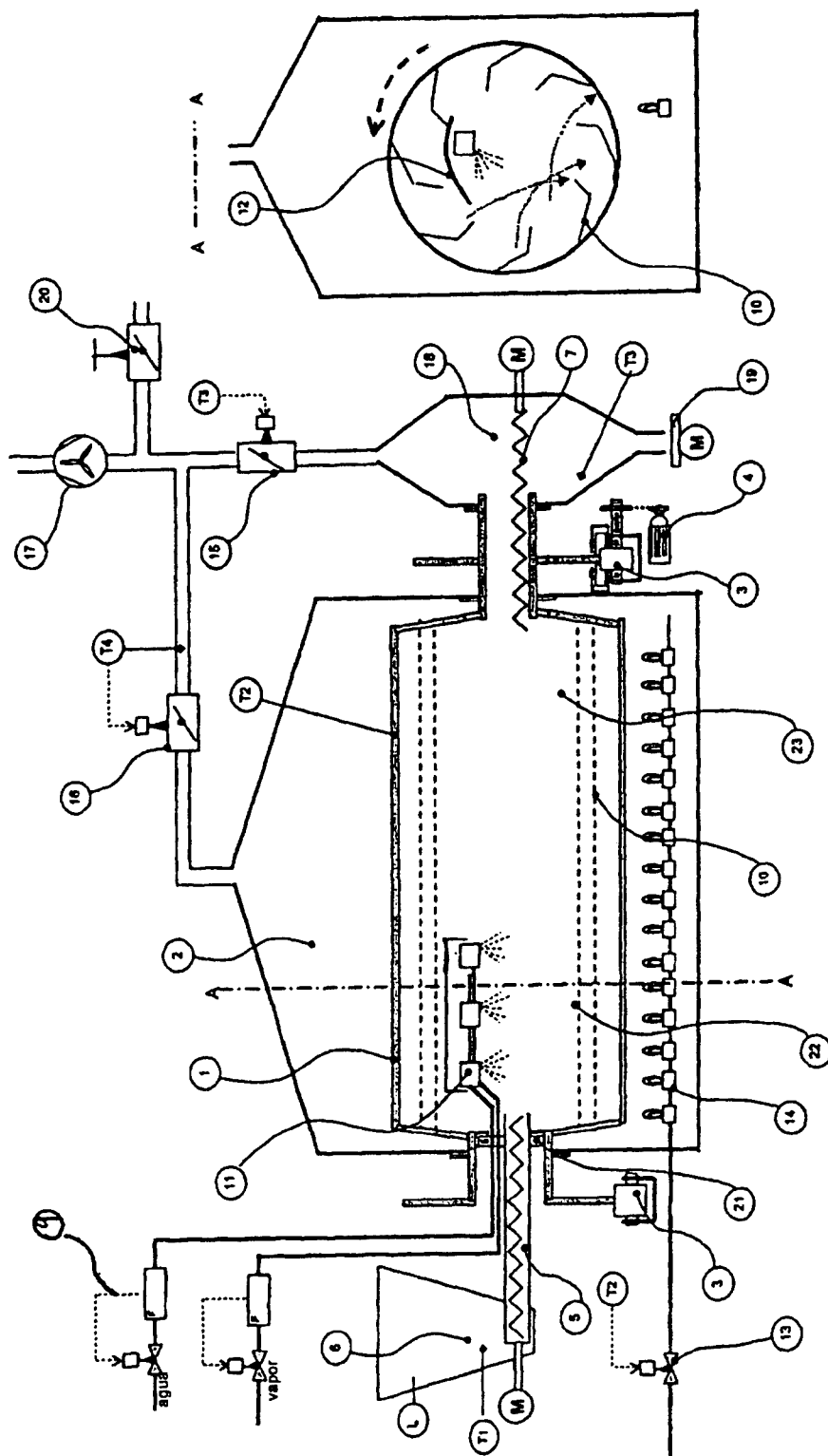


Figura 2

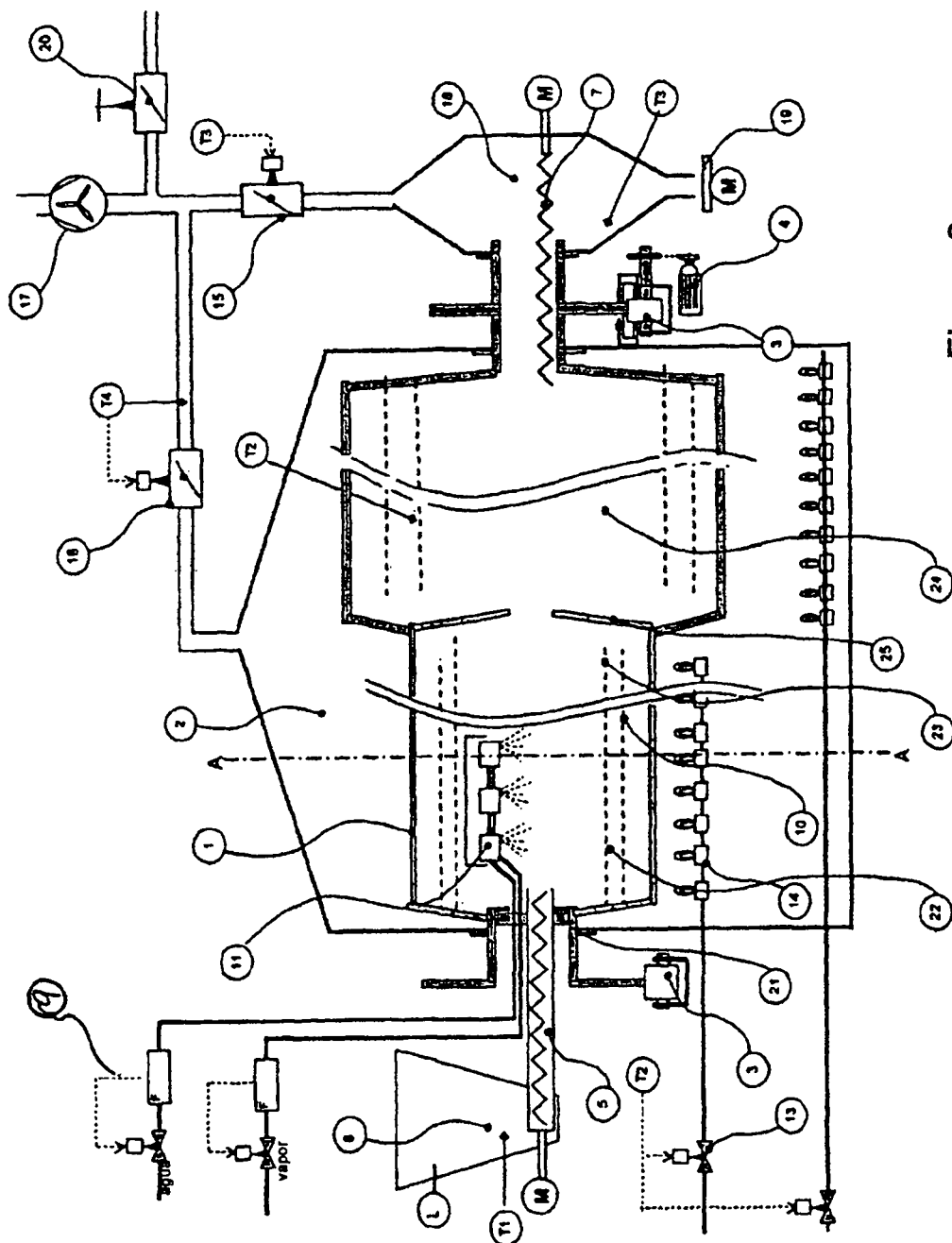


Figura 3

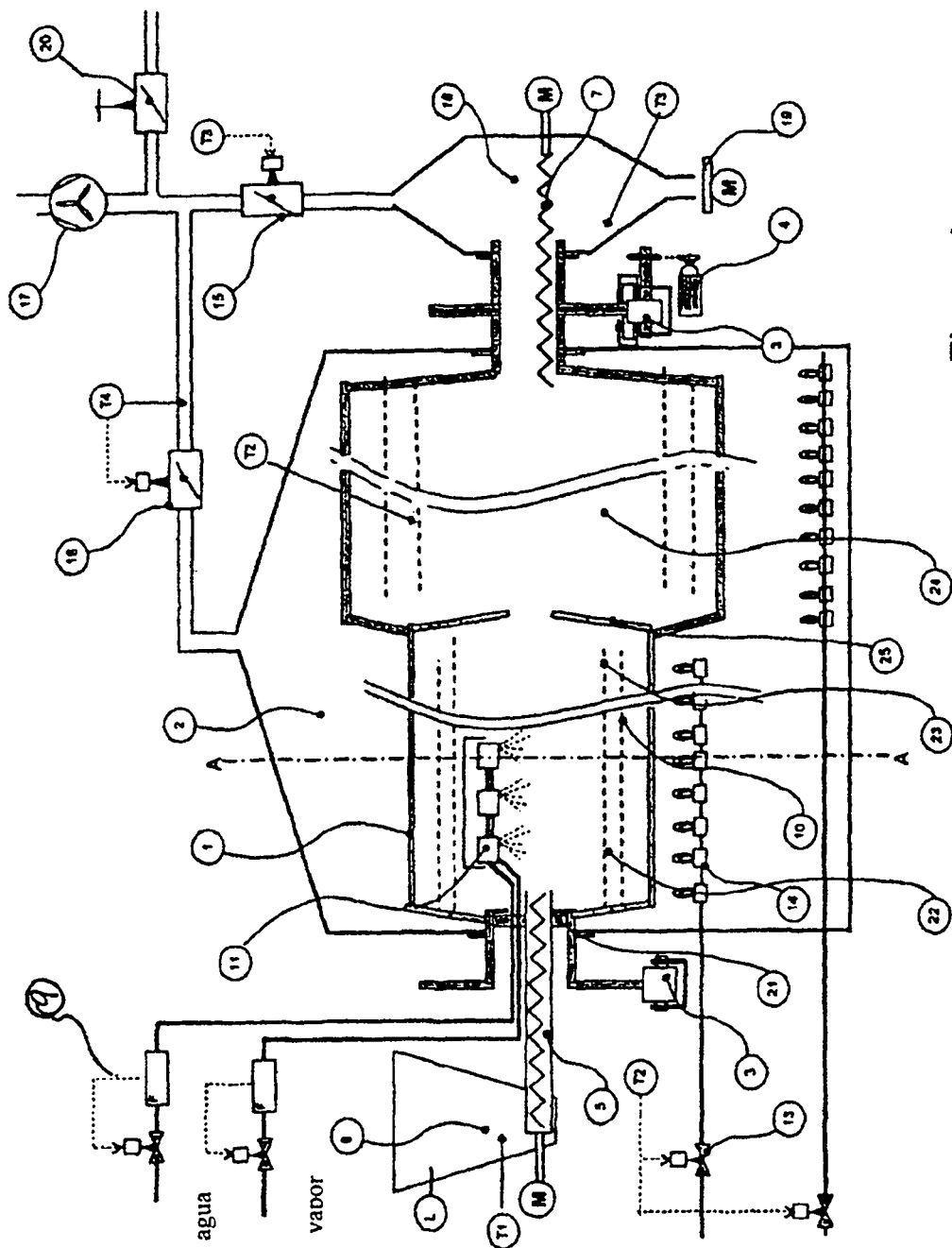


Figura 4