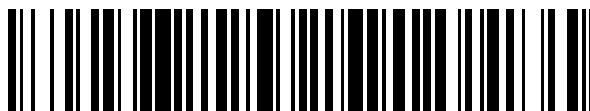


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 798 001**

51 Int. Cl.:

C04B 11/028 (2006.01)

C04B 11/00 (2006.01)

C04B 28/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.12.2007** **PCT/CA2007/002300**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.06.2008** **WO08074137**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.12.2007** **E 07855582 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.04.2020** **EP 2061731**

54 Título: **Procedimiento de tratamiento de hemihidrato de sulfato de calcio**

30 Prioridad:

20.12.2006 US 871039 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

04.12.2020

73 Titular/es:

GYP SUM TECHNOLOGIES INC. (100.0%)
578 King Forest Court
Burlington, ON L7P 5C1, CA

72 Inventor/es:

BRUCE, ROBERT BYRON;
FLUMIANI, MARK RICHARD y
BLOW, CHARLES E.

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 798 001 T3

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 de tratamiento de hemihidrato de sulfato de calcio

Campo de la invención

- 5 La invención se refiere a procedimientos para tratar el hemihidrato de sulfato de calcio beta. Más específicamente, la invención se refiere a procedimientos posteriores a la calcinación que reducen la demanda de agua del hemihidrato de sulfato de calcio beta.

Antecedentes de la invención

- 10 El yeso es el sulfato de calcio dihidrato [DH] de la fórmula $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Los depósitos de yeso existen en todo el mundo y se han utilizado durante siglos principalmente en la industria de la construcción con fines estructurales y decorativos. Más recientemente, el yeso sintético ha estado disponible como subproducto de procedimientos químicos o de la depuración de dióxido de azufre de los gases de escape de las centrales eléctricas de combustión de carbón. El principal valor comercial del uso del yeso resulta de su capacidad de perder tres cuartos del agua combinada en el cristal de yeso al calentar, un procedimiento llamado calcinación, como se ilustra en la reacción que se muestra a continuación.

- 15 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{calor} \rightarrow \text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O} + 1 \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$

[yeso] [hemihidrato de sulfato de calcio o escayola de París]

- 20 Al seguir calentándose a temperaturas más altas, el hemihidrato perderá el agua restante y formará anhidrita soluble o anhidrita III [AIII], que tiene una estructura cristalográfica similar a la del hemihidrato y se reconvierte fácilmente en hemihidrato mediante la absorción del vapor de agua de la atmósfera. La exposición del hemihidrato a humedad alta no solo convertirá cualquier anhidrita soluble en hemihidrato, sino que también convertirá lentamente el hemihidrato en yeso y reducirá la reactividad general de la escayola hemihidratada, un procedimiento comúnmente llamado envejecimiento de una escayola. Incluso un mayor calentamiento dará como resultado que el hemihidrato o la anhidrita soluble se conviertan en la forma de anhidrita insoluble, Anhidrita II [AII].

- 25 Cuando la forma de hemihidrato [HH] se mezcla con agua para formar una suspensión a temperatura ambiente, el hemihidrato se disuelve en agua y se recrystaliza como yeso, y se solidifica en el procedimiento. A temperatura ambiente, el hemihidrato es más soluble en agua que el yeso, lo que hace que el hemihidrato se disuelva y el yeso se precipite. Sobre una base pura [yeso 100% puro] solo se requieren 18.6 ml de agua para convertir 100 g de hemihidrato en yeso.

- 30 Se han demostrado varios procedimientos para la deshidratación o calcinación de yeso a escayola de París, y diversos tipos diferentes de hemihidrato producidos por estos diferentes procedimientos. El hemihidrato de sulfato de calcio más comúnmente producido es la forma "beta", en la cual el yeso se tritura finamente y luego se calcina a altas temperaturas en condiciones atmosféricas normales para dar un material de hemihidrato de fraguado rápido. Otro tipo común se llama "alfa" en el que el procedimiento de deshidratación se lleva a cabo en condiciones de presión superiores a la atmosférica. Una de las principales diferencias entre las formas alfa y beta de hemihidrato es la cantidad de agua que se necesita mezclar con el hemihidrato en polvo para obtener una suspensión fluida (es decir, la demanda de agua). Después de mezclar vigorosamente el hemihidrato con agua, una escayola beta hemihidratada típico requerirá entre 75-100 ml de agua por 100 g de escayola para dar una suspensión fluida. Un hemihidrato alfa típico, por otro lado, requerirá solo 28 a 45 ml de agua para dar una suspensión fluida con 100 g de escayola. Ha habido mucha discusión en la literatura científica sobre las diferencias entre el hemihidrato alfa y beta, y de hecho entre el hemihidrato y las formas con 0.67 o 0.8 moles de agua por CaSO_4 . Sin embargo, a todos los efectos prácticos, parecería que todas estas formas tienen esencialmente la misma estructura cristalina. La diferencia entre el hemihidrato y las formas más hidratadas parece ser que se encuentran más moléculas de agua en los canales abiertos paralelos al eje cristalográfico C. Aunque parece haber algunas diferencias menores entre los patrones de difracción de polvo del hemihidrato alfa y beta, el pensamiento más reciente es que el hemihidrato beta es simplemente una forma más estresada y desordenada de la estructura del hemihidrato alfa de bassanita.

- 50 Sin limitarse por la teoría, se cree que esta diferencia en la demanda de agua entre el hemihidrato alfa y beta es causada por una combinación de efectos físicos y químicos resultantes del procedimiento de calcinación utilizado para fabricar el hemihidrato. La calcinación de hemihidrato beta da como resultado una partícula de hemihidrato estresada y desordenada que se romperá en partículas más finas al mezclarse en agua. Las superficies interiores de estas partículas finas a menudo están altamente cargadas, lo que da lugar a una capa doble iónica estructurada que rodea estas partículas cuando se mezclan en agua. Sin embargo, las partículas de hemihidrato alfa, incluso cuando se trituran finamente, no se desintegran en estas partículas finas y generalmente son más bajas en energía superficial, lo que hace que se requiera menos agua para hacer una mezcla fluida, incluso después de la exposición a altas resistencias de cizallamiento. Las propiedades reológicas de las mezclas acuosas de hemihidrato dependen de la química de la superficie y del tamaño y la forma de las partículas de hemihidrato después de mezclarlas en agua.

Las escayolas beta se usan en aplicaciones donde se requiere un producto ligero de fraguado rápido, mientras que el producto alfa se usa donde es más importante tener una alta resistencia y/o un excelente detalle en la fundición de la escayola que se fragua.

Ya sea que se use hemihidrato alfa o beta, al polvo se agrega más agua de la que se requiere químicamente para la hidratación para lograr una suspensión fluida. En la mayoría de los casos, esta agua extra debe eliminarse mediante un procedimiento de secado que consume mucha energía y es costoso. Como resultado, existe una ventaja de usar una escayola de baja demanda de agua en estos casos para ahorrar costos de secado. Esto es especialmente cierto cuando se usa hemihidrato beta de escayola, ya que se mezcla mucha más agua con la escayola que la necesaria para hidratar el hemihidrato en yeso. Un panel de yeso típico de 12.5 mm (½ pulgada) de espesor hecha con escayola beta de fraguado rápido, por ejemplo, necesita secar aproximadamente 3.6 a 4 kg de agua de cada metro cuadrado de panel, mientras que, si pudiera hacerse con hemihidrato alfa, entonces solo necesitaría secarse aproximadamente la mitad de esta cantidad de agua. Las escayolas alfa de baja demanda de agua, sin embargo, tienen propiedades de fraguado diferentes que los hacen inutilizables para algunas aplicaciones. Estas propiedades de fraguado de un hemihidrato alfa son demasiado lentas para ser comercialmente viables para una línea moderna de paneles de yeso.

Se han realizado esfuerzos para reducir la carga de evaporación de estos secadores mediante el uso de productos químicos tales como agentes dispersantes [sulfonatos de naftaleno [NS], sulfonatos de lignina, resinas de melamina, etc.] para modificar las propiedades superficiales de las partículas de hemihidrato en suspensión y así reducir la cantidad de agua necesaria para hacer una mezcla fluida. Estos productos químicos son bastante caros y tienen una eficacia limitada, de modo que la demanda de agua puede reducirse prácticamente en no más de 15% en la mayoría de los casos. Estos compuestos también se denominan a menudo agentes reductores de agua o superplastificantes en las industrias de yeso y cemento.

Hay dos procedimientos comerciales comunes para hacer la escayola alfa de baja demanda de agua; un procedimiento "seco" en el que las rocas de yeso en grumos se calinan a altas temperaturas y presiones mediante vapor vivo en un recipiente cerrado y un procedimiento "húmedo" en el que el yeso se suspende en agua y se calina a altas temperaturas y presiones en una suspensión para dar lugar al hemihidrato que necesita ser filtrado y secado antes de su uso. Téngase en cuenta que el material de partida tanto para el procedimiento en húmedo como para el procedimiento en seco es yeso; en el primer caso en forma de grumos y el último caso como un polvo de yeso finamente dividido suspendido en agua en la autoclave.

También hay varias técnicas diferentes para hacer la escayola beta; un ejemplo es una simple bandeja abierta en un horno, un horno rotatorio, un procedimiento de caldera de uso común que funciona en modo discontinuo o continuo, como se muestra a manera de ejemplo en la Figura 2, o técnicas de calcinación instantánea donde el yeso está expuesto a gases de alta temperatura durante un corto período de tiempo para eliminar el agua cristalina combinada en el yeso. Las características de la escayola que resultan de estos diversos procedimientos pueden ser bastante diferentes entre sí, no solo como resultado del equipo de calcinación utilizado, sino también de los parámetros del procedimiento implementados durante la calcinación. En general, sin embargo, todos estos procedimientos en todas las condiciones dan como resultado un hemihidrato de escayola con una demanda de agua más alta que la encontrada para los procedimientos de hemihidrato alfa.

La calcinación ideal para fabricar las escayolas alfa o beta dará como resultado una conversión completa de yeso a hemihidrato. En la práctica, sin embargo, se producen otras especies: yeso residual no calcinado, anhídrita soluble, anhídrita insoluble, o quizás incluso óxido de calcio.

Es bien sabido en la industria que, si la escayola se sobrecalcina de manera que se produzca algo de anhídrita insoluble, entonces se puede reducir la demanda de agua fluida de la escayola resultante. Esto se debe a que parte del yeso se ha convertido a la forma de anhídrita inerte y ya no está disponible para fraguar, además de comportarse como un tratamiento de superficie para el hemihidrato, lo cual impide que se desintegre al mezclarlo. Esta práctica tiene la desventaja de restringir las características de fraguado de la suspensión resultante y reducir las propiedades de desarrollo de resistencia de la suspensión de fraguado.

De modo similar, se han descrito diferentes procedimientos en los que se aplican tratamientos a la escayola beta para reducir la demanda de agua de una manera similar al procedimiento de envejecimiento natural descrito anteriormente. La patente de los Estados Unidos 3,898,316 de Flood describe un procedimiento de aridización mediante el cual se añaden sales solubles a una calcinación continua para reducir la demanda de agua. La patente estadounidense 3,415,910 de Kinkade describe un procedimiento de dos pasos mediante el cual el yeso se calina en hemihidrato y luego se vuelve a humedecer y se calienta en la caldera una vez más para obtener una escayola de baja demanda de agua. La patente de los Estados Unidos 4,533,528 de Zaskalicky describe la calcinación continua de yeso húmedo sintético o subproducto químico para dar lugar a una escayola beta de menor demanda de agua como resultado de humedecer yeso cuando se agrega a la caldera. Las patentes de los Estados Unidos 4,238,445 de Stone y 4,201,595 de O'Neill describen procedimientos mediante los cuales la escayola se trata con pequeñas cantidades de agua líquida, y se muelen para proporcionar una escayola de menor demanda de agua, aunque hubo una degradación significativa de la capacidad de estas escayolas para desarrollar resistencia al fraguar. Además, si la escayola de estos procedimientos no se usó inmediatamente, entonces necesitaba secarse para evitar que la escayola tuviera propiedades de fraguado impredecibles. La patente de los Estados Unidos 4,360,386 de Bounini también describe un

procedimiento en el que la escayola se rocía con una solución acuosa de un agente solubilizante mientras se muele para dar una escayola de baja demanda de agua. Más recientemente, la publicación de la solicitud de patente de EE. UU. 2005/0152827 de Bold describe un procedimiento de varios pasos que implica el tratamiento de escayola beta con agua y/o vapor a 75 a 99°C, seguido de curado y secado. En general, los procedimientos de aspersión de agua/curado/secado dan como resultado un aumento en el contenido residual de yeso de modo que la escayola tratada contiene 3-7% de dihidrato.

Es posible reducir la demanda de agua mediante estos procedimientos en el orden del 15-30%, pero todos estos procedimientos de envejecimiento forzado son costosos de poner en práctica de una forma u otra. En el caso de la aridización, es necesario agregar sales solubles a la escayola, restringiendo su uso en aplicaciones de paneles de yeso y dando como resultado problemas de corrosión con el equipo en aplicaciones de escayola. Existen varios tratamientos que son básicamente diferentes formas de humedecer, curar y secar. En general, estos procedimientos limitan las tasas de producción y requieren una importante inversión de capital. Además, como lo describió Bold recientemente, las dos preocupaciones principales son la rehidratación involuntaria, que crea dihidrato, que actúa como semilla de cristalización en lodos de escayola, así como acumulaciones o escamas en el equipo. La formación de dihidrato puede provocar un endurecimiento temprano de la mezcla de fraguado y, sin embargo, la escayola envejecida se disuelve lentamente, lo que resulta en un fraguado final prolongado. En general, las propiedades de fraguado de este tipo de suspensión hacen que sea muy difícil de usar en un procedimiento de producción rápido. Como resultado de estos problemas, el tratamiento posterior a la calcinación de la escayola beta ha tenido una aplicación limitada, especialmente en la fabricación de paneles de yeso. La aridización se usa comúnmente para escayolas industriales, pero la industria acogería con beneplácito un procedimiento para dar una escayola de baja demanda de agua sin la adición de sales solubles.

Parece que una escayola alfa sería más ideal para muchas de estas aplicaciones de escayola beta, pero la preparación de hemihidrato alfa es mucho más costosa y difícil de realizar. Además, las propiedades de una escayola alfa no se prestan muy fácilmente a procedimientos en los que la lechada de hemihidrato debe fraguarse muy rápidamente para dar un producto liviano de baja densidad, como el panel de yeso.

Si una aplicación requiere un intermedio de escayola hemihidrato entre una escayola alfa y beta típica, la manera convencional de proporcionar este producto es construir dos instalaciones de fabricación, una para alfa y otra para beta, junto con una planta de mezcla para permitir la fabricación de una escayola intermedio entre estos dos tipos de materiales. La patente de los Estados Unidos 6,964,704 a nombre de Cox describe un procedimiento mediante el cual el yeso se pone en briquetas y luego se calcina en una autoclave para dar un material que es intermedio en desempeño.

Una de las formas que la industria de yeso utiliza para medir las propiedades de fraguado de una escayola hemihidrato es medir la curva de aumento de temperatura que resulta de la hidratación exotérmica del hemihidrato en yeso. Diferentes compañías tienen diferentes procedimientos/técnicas para monitorear esta propiedad. En general, se desea en la fabricación de paneles de yeso que el procedimiento de fraguado comience lentamente para permitir que la lechada humedezca los revestimientos de la cara de papel, pero que termine rápidamente para que el procedimiento de hidratación sea lo más completo posible antes de que el panel entre en la secadora. Una técnica comúnmente utilizada es determinar la pendiente máxima de la curva de hidratación (°C por minuto), y el comportamiento preferido es una pendiente muy baja inmediatamente después de mezclar, y la pendiente máxima aparece muy tarde en el procedimiento general de hidratación. En este caso, el estuco del panel de hemihidrato se fragua muy rápido hasta casi el final del tiempo de hidratación. Esto se asocia comúnmente con propiedades de resistencia mejoradas de la lechada final. Las escayolas beta funcionan muy bien con esta medida, lo cual da una curva de fraguado como se ilustra en la Figura 1. Sin embargo, una escayola alfa típica tendrá un aumento de temperatura general más alto debido a la menor demanda de agua y la menor capacidad de calor de mezcla, pero el procedimiento de fraguado general cerca del final de la hidratación es muy lento y tarda mucho tiempo en terminar.

Otras aplicaciones de yeso escayola requieren diferentes propiedades de fraguado. Las escayolas de pared requieren más resistencia de la que se encontraría típicamente para una escayola de panel, pero requieren el "cuerpo" exhibido por una escayola beta, pero no por una escayola alfa. Las escayolas de moldeo requieren la capacidad de proporcionar reproducciones precisas de detalles y buenas propiedades de resistencia, junto con propiedades de expansión / contracción bien controladas. El control de fraguado y los modificadores de hábito de cristal se pueden utilizar para modificar las propiedades de escayolas de yeso para ajustar el rendimiento necesario, pero en general el punto de partida ha sido una escayola alfa, una escayola beta o una combinación de ambas.

El aditivo utilizado más comúnmente para controlar el procedimiento de fraguado del hemihidrato es el acelerador de yeso triturado, que actúa eficazmente como cristales semillas que proporcionan una mayor área de superficie de yeso para que cristalicen los iones de calcio y sulfato disueltos. Los aceleradores de yeso triturado se fabrican de muchas formas mediante varios procedimientos para maximizar o estabilizar la actividad de la superficie del cristal de yeso. También existe otro tipo de acelerador, comúnmente llamado aceleradores químicos, que provocan que los procedimientos químicos de disolución del hemihidrato y transporte de los iones de calcio y sulfato a los cristales de yeso en crecimiento ocurran más rápidamente. Los aceleradores químicos típicos son sulfatos de potasio y aluminio, u otros sulfatos solubles, o ácido sulfúrico. Los productos químicos que aumentan la fuerza iónica o aumentan la solubilidad del hemihidrato más que la del yeso también son aceleradores químicos.

- Existen varios productos químicos que pueden retrasar la velocidad del procedimiento de hidratación. Estos materiales son típicamente agentes quelantes que pueden interferir con la actividad química de los iones de calcio, o químicos que interfieren con la disolución del hemihidrato o químicos que impiden que la superficie de los cristales de yeso reciba iones solubles de calcio y sulfato. Los retardadores comerciales típicos son ácido dietilentríaminopentaacético (DTPA), ácido cítrico, ácido tartárico y proteínas de queratina hidrolizadas; pero muchos compuestos químicos que se adsorben en la superficie de los cristales de escayola retrasarán el procedimiento de fraguado del hemihidrato. Los azúcares que se encuentran en los sulfonatos de lignina, los ácidos poliacrílicos y los polifosfatos, por ejemplo, son retardadores efectivos, aunque pueden agregarse a una lechada de hemihidrato por otra razón, como un agente dispersante.
- El documento DE 196 27 250 describe un procedimiento de fabricación de beta-hemihidrato que implica deshidratar parcialmente dihidrato seco finamente dividido en un conjunto de calcinación y luego enfriar, en el que el material calcinado se trata a 40-70 (preferiblemente 50-60) grados C durante 10-120 (preferiblemente 30-60) minutos en una atmósfera de vapor para obtener beta-hemihidrato prácticamente puro.
- El documento US 6,054,101 describe un procedimiento y un dispositivo para el tratamiento térmico de escayola que se calcina para formar hemihidrato de escayola o anhidrita. La calcinación para formar escayola hemihidratada se lleva a cabo en al menos una región de lecho fluido en la que se ajustan la presión parcial del vapor de agua y la temperatura del material. A la al menos una región de lecho fluido le puede seguir otra región de lecho fluido en la que se forma la anhidrita y también se ajustan la presión parcial del vapor de agua y la temperatura del material. Además, se puede proporcionar una región de lecho fluido para fines de enfriamiento antes del punto de descarga del producto.
- Resumen de la invención
- En un aspecto amplio, se proporciona un procedimiento posterior a la calcinación para reducir la demanda de agua del hemihidrato de sulfato de calcio beta como se establece en la reivindicación 1 de las reivindicaciones adjuntas.
- Una ventaja de este amplio aspecto es que el tratamiento reducirá la demanda de agua del hemihidrato de sulfato de calcio beta. Se ha encontrado que la demanda de agua de un hemihidrato de sulfato de calcio beta tratado de acuerdo con este aspecto amplio puede reducirse hasta en un 40% o más. Además, se ha encontrado que la reducción en la demanda de agua se puede mejorar con una mayor temperatura y presión de vapor. Además, se ha encontrado que el tratamiento del hemihidrato de sulfato de calcio beta de acuerdo con este aspecto amplio reduce la demanda de agua de la escayola tratada a presiones de vapor que varían de 0.7 kPa a 1447.9 kPa (0.1 psi a 210 psi) por encima de la atmósfera (es decir, psi_g). Además, se ha encontrado que el tratamiento del hemihidrato de sulfato de calcio beta recién calcinado de acuerdo con este aspecto amplio reduce la demanda de agua de la escayola tratada a temperaturas de vapor que varían de 100°C a 200°C.
- Otra ventaja es que un hemihidrato de sulfato de calcio beta tratado de acuerdo con este aspecto amplio puede exhibir propiedades de fraguado beneficiosas, sin usar altos niveles de acelerador químico, agentes retardantes o dispersantes químicos. Es decir, las propiedades de fraguado de una lechada hecha con el hemihidrato de sulfato de calcio beta tratado de acuerdo con este aspecto amplio pueden ser similares a las propiedades de fraguado de una lechada hecha con un hemihidrato de sulfato de calcio beta sin tratar de alta demanda de agua.
- Además, se ha encontrado que la demanda de agua reducida se produce tanto para yeso natural, como sintético. Además, se ha descubierto que la reducción de la demanda de agua aún puede tener lugar si el hemihidrato de sulfato de calcio beta que se está tratando contiene altos niveles de anhidrita soluble.
- Otra ventaja de este amplio aspecto es que, si el hemihidrato de sulfato de calcio beta no tratado contiene dihidrato de sulfato de calcio residual, parte de este dihidrato puede convertirse en hemihidrato en el procedimiento. De modo similar, si la beta-escayola no tratada contiene anhidrita de sulfato de calcio soluble, parte de esta anhidrita soluble puede convertirse en hemihidrato en el procedimiento de tratamiento. En consecuencia, un hemihidrato de sulfato de calcio beta tratado de acuerdo con este aspecto amplio puede estar más cerca de un análisis químico de hemihidrato al 100% que un hemihidrato de sulfato de calcio beta no tratado.
- Otra ventaja de este amplio aspecto es que el procedimiento puede no resultar en la reducción de la resistencia a la compresión de los cubos hechos con el hemihidrato de sulfato de calcio beta tratado, en comparación con los cubos de yeso de densidad similar y el tiempo de fraguado hecho con escayola no tratada.
- El procedimiento comprende proporcionar el hemihidrato de sulfato de calcio beta a una cámara de presión y proporcionar vapor a la cámara de presión para alcanzar la presión deseada. El procedimiento comprende mantener la presión en la cámara de presión por encima de la atmosférica durante un tiempo de residencia de al menos 5 segundos. Dichas formas de realización son ventajosas porque el hemihidrato de sulfato de calcio beta exhibirá una demanda de agua reducida después de un tiempo de tratamiento relativamente corto. Un tratamiento de acuerdo con esta forma de realización puede lograr una demanda de agua reducida después de solo unos segundos.
- El hemihidrato de sulfato de calcio beta se proporciona a la cámara de presión a una temperatura inicial de la escayola, y el vapor se proporciona a la cámara de presión a una temperatura inicial del vapor, y el procedimiento comprende además seleccionar la temperatura inicial de la escayola, la temperatura inicial del vapor, la presión y el tiempo de

residencia tales que durante el procedimiento menos del 2% del hemihidrato de sulfato de calcio beta se convierte en anhidrita de sulfato de calcio, y la demanda de agua del hemihidrato de sulfato de calcio beta se reduce al menos en un 3%.

- 5 En algunas formas de forma de realización, el procedimiento comprende además enfriar el hemihidrato de sulfato de calcio beta a una temperatura inferior a 60°C. En algunas de tales formas de realización, la temperatura inicial de la escayola, la temperatura inicial del vapor, la presión y el tiempo de residencia se seleccionan de tal manera que menos del 2% del hemihidrato de sulfato de calcio beta se convierte en dihidrato de sulfato de calcio durante el procedimiento de enfriamiento.
- 10 La temperatura inicial de la escayola está entre 60 °C y 200 °C, la temperatura inicial del vapor está entre 100 °C y 200 °C, la presión está entre 0.7 kPa and 1447.9 kPa por encima de la presión atmosférica (0.1 psi_g y 210 psi_g), y el tiempo de residencia está entre 5 segundos y 900 segundos. Ventajosamente, se ha encontrado que un hemihidrato de sulfato de calcio beta proporcionado a una cámara de presión a 175 °C y expuesto al vapor a presiones de 448.2 kPa por encima de la presión atmosférica (65 psi_g) durante 3 minutos exhibirá una demanda de agua de 55 ml/100 g, mientras que un hemihidrato de sulfato de calcio no tratado similar exhibirá una demanda de agua de 91 ml/100 g.
- 15 En algunas formas de realización, la cámara de presión se calienta a una temperatura de cámara, y el vapor se calienta en la cámara de presión a una temperatura final más alta que la temperatura inicial, y el procedimiento comprende además seleccionar la temperatura de la cámara de modo que durante el procedimiento menos del 2% del hemihidrato de sulfato de calcio beta se convierte en anhidrita de sulfato de calcio, y la demanda de agua del hemihidrato de sulfato de calcio beta se reduce al menos en un 3%.
- 20 En algunas formas de realización, la temperatura de la cámara está entre 115 °C y 200 °C, la temperatura inicial de la escayola está entre 60 °C y 200 °C, la temperatura inicial del vapor está entre 100 °C y 115 °C, la temperatura final del vapor es entre 115 °C y 200 °C, la presión está entre 0.7 kPa y 1447.9 kPa por encima de la presión atmosférica (0.1 psi_g y 210 psi_g), y el tiempo de residencia está entre 5 segundos y 900 segundos.
- 25 En algunas formas de realización, el vapor tiene una temperatura de punto de rocío a la presión, y el vapor se proporciona a la cámara de presión a una temperatura de vapor inicial dentro de +/- 5 °C de la temperatura del punto de rocío.

En algunas formas de realización, el vapor tiene una temperatura de punto de rocío a la presión, y el vapor se proporciona a la cámara de presión a una temperatura inicial menor que la temperatura del punto de rocío, y se calienta en la cámara de presión a una temperatura de vapor final dentro de +/-5 °C de la temperatura del punto de rocío.
- 30 En algunas formas de realización, el vapor tiene una temperatura de punto de rocío a la presión, y el hemihidrato de sulfato de calcio beta se proporciona a la cámara de presión a una temperatura de escayola dentro de +/-5 °C de la temperatura del punto de rocío.

En algunas formas de realización, la presión deseada está entre 68.9 kPa y 1379.0 kPa por encima de la presión atmosférica (10 psi_g y 200 psi_g).
- 35 En algunas formas de realización, el tiempo de residencia está entre 5 segundos y 600 segundos.

En algunas formas de realización, la temperatura inicial de la escayola, la temperatura inicial del vapor, la presión y el tiempo de residencia se seleccionan adicionalmente de modo que el contenido residual de anhidrita soluble del hemihidrato de sulfato de calcio beta se reduzca durante el procedimiento.
- 40 En algunas formas de realización, durante el tiempo de residencia, se proporciona vapor adicional a la cámara de presión. En algunas formas de realización, antes y durante el tiempo de residencia, la cámara de presión se calienta.

En algunas formas de realización, el procedimiento comprende además seleccionar la temperatura inicial de la escayola, la temperatura inicial del vapor, la presión y el tiempo de residencia de tal manera que durante el procedimiento el tiempo de fraguado del hemihidrato de sulfato de calcio beta se incremente en no más del 15%.

El hemihidrato de sulfato de calcio se puede mezclar con agua para formar una lechada fluida.
- 45 Se pueden mezclar 10 partes del hemihidrato de sulfato de calcio con menos de 7.5 partes de agua en peso para formar la lechada fluida.

En algunas formas de realización, la cámara de presión se calienta, y el vapor se calienta en la cámara de presión hasta una temperatura de vapor final más alta que la temperatura de vapor inicial.
- 50 En algunas formas de realización, la temperatura inicial de la escayola está entre 100 °C y 200 °C, la temperatura inicial del vapor está entre 100 °C y 115 °C, la temperatura final del vapor está entre 115 °C y 200 °C, la presión está entre 0.7 kPa y 1447.9 kPa por encima de la presión atmosférica (0.1 psi_g y 210 psi_g), y el tiempo de residencia está entre 5 segundos y 900 segundos.

En algunas formas de realización, la temperatura inicial de la escayola, la temperatura inicial del vapor, la presión y el tiempo de residencia se seleccionan adicionalmente de modo que el contenido residual de yeso del hemihidrato de sulfato de calcio beta se reduzca durante el procedimiento. En formas de realización adicionales, la temperatura inicial de la escayola, la temperatura inicial del vapor, la presión y el tiempo de residencia se seleccionan adicionalmente de manera que se reduce el contenido de anhidrita soluble del hemihidrato de sulfato de calcio beta durante el procedimiento.

En algunas formas de realización, el procedimiento comprende proporcionar una cantidad de sulfato de calcio beta a una cámara de presión a una temperatura de entre 120 °C y 190 °C; proporcionar vapor a una temperatura de entre 115 °C y 195 °C a la cámara de presión para alcanzar una presión de entre 68.9 kPa y 1379.0 kPa por encima de la presión atmosférica (10 psi_g y 200 psi_g) en la cámara de presión; y mantener la presión en la cámara de presión entre 68.9 kPa y 1379.0 kPa por encima de la presión atmosférica (10psi_g y 200 psi_g) entre 5 y 900 segundos

Breve descripción de los dibujos

Estas y otras ventajas de la presente invención se entenderán más completa y particularmente en relación con la siguiente descripción de las formas de realización preferidas de la invención en las que:

La Figura 1 es un ejemplo de una curva de fraguado exhibida por hemihidratos de sulfato de calcio beta conocidos;

La Figura 2 es un ejemplo de un procedimiento conocido utilizado en la calcinación de yeso;

La Figura 3 es un diagrama de flujo de una forma de realización de un procedimiento de acuerdo con la presente invención; y

La Figura 4 es una vista frontal de una forma de realización de una cámara de presión adecuada para su uso en el procedimiento de la presente invención.

Descripción detallada de la invención

Descripción de los procedimientos de prueba

Análisis de fase de yeso: La composición porcentual de dihidrato, hemihidrato, anhidrita (III), agua libre y otro material se determinó mediante un procedimiento de análisis gravimétrico de fase de escayola de la siguiente manera: se pesó un recipiente vacío en una balanza con precisión de 0.0001 g. Se añadieron de 4 a 6 gramos de muestra al recipiente (previamente triturado finamente con mortero y mano de mortero, según sea necesario) y se pesaron y se dejaron en aire a una humedad relativa del 60-80% durante la noche. La muestra se secó luego durante 2 horas a 45 °C en un horno de temperatura constante controlado digitalmente por Yamato DKN600 (Santa Clara, CA) y luego se pesó. A continuación, se añadieron 20 ml de agua destilada a la muestra, la muestra se cubrió y luego se dejó rehidratar a temperatura ambiente durante 2 horas. Posteriormente, la muestra se secó nuevamente durante la noche a 45 °C y se pesó después. La muestra se calentó luego durante 2 horas a 300 °C en un horno Sentry Xpress 2.0 por Orton (Westerville, Ohio). La muestra se cubrió luego y se enfrió brevemente y se pesó lo antes posible. Finalmente, el % en peso de agua libre, el % de anhidrita soluble (III), el % de dihidrato, % de hemihidrato y el % de otro material se calculó a partir de los resultados en peso.

Análisis de equilibrio de humedad: el contenido de humedad se determinó por la pérdida de peso de una muestra durante el calentamiento en un analizador de humedad Ohaus MB45 (Pine Brook, NJ). Se pesó un platillo de muestras y se añadieron aproximadamente 2 gramos de muestra al platillo de muestras. El platillo y la muestra se sometieron a una rampa de calor de velocidad máxima de 200 °C hasta que la pérdida de peso se estabilizó y se registró el porcentaje de humedad.

Calcinación continua de la caldera: una calcinación continua funciona manteniendo una alimentación constante dentro y fuera de una caldera. El aparato de caldera continua a escala de laboratorio utilizado fue un recipiente de 20 litros con un agitador mecánico, diseñado de tal manera que la escayola se produce desde el fondo de la caldera una vez que la caldera está llena hasta cierto volumen (véase Figura 4). La caldera se calentó mediante el uso de dos fuentes de calor, una camisa alrededor de los lados de la caldera y otra en la base inferior de la caldera, cada una controlada de forma variable por un Variac de 10 amp, 1.4 KVA de Staco Energy Products (Dayton, OH). Se llevó a cabo un procedimiento continuo de calcinación manteniendo la temperatura deseada en la caldera alimentando continuamente yeso sobre una base variable con un alimentador vibrador Eriez (Erie, PA) N 12-G30HZ-115/230. El material se introdujo en la parte superior de la caldera, cuando el volumen de la caldera alcanza una cierta capacidad, el material es forzado desde el fondo hacia afuera a través de un tubo de vertedero en el costado de la caldera. El tubo vertedero tenía una lanza de aire comprimido que mantenía el material fluido mientras subía por el tubo vertedero hasta el puerto de descarga. El agitador mecánico agitó el lecho para que hubiera una distribución uniforme de la temperatura en la caldera. El funcionamiento de la caldera se inició encendiendo los calentadores, el extractor de polvo, el agitador mecánico, la lanza de aire comprimido y los dispositivos de registro de temperatura. Una vez que la caldera había alcanzado alrededor de 130 °C, se inició la alimentación de yeso. La caldera continuó calentándose a medida que se alimentaba el material hasta que se alcanzó la temperatura de control, después de lo cual se alimentó el yeso a la caldera para mantener la temperatura a un nivel constante. La caldera tardó aproximadamente 45 minutos en llenarse

y una vez que estaba produciendo material calcinado se dejó durante otros 45 minutos (aproximadamente) para permitir que la operación se asentara y tuviera una salida uniforme. Las temperaturas se monitorearon en el fondo del tubo de vertedero y cerca de la parte superior del lecho mediante un termopar tipo K. Los datos de temperatura fueron leídos por un termómetro Sper Scientific 800024 (Scottsdale, AZ) con el software de registro de ordenador apropiado.

- 5 Calcinación por lotes: La operación de una calcinación por lotes se realizó precalentando la caldera entre 140 °C y 160 °C y luego se inició la alimentación. Calcinaciones por lotes calcinaron aproximadamente 9 kg de escayola. La velocidad de alimentación en la calcinación por lotes se mantuvo constante a 150 gramos/minuto para lograr un tiempo de llenado de la caldera entre 45 y 90 minutos. Una vez que se inició la alimentación, la temperatura de la caldera bajó, después de lo cual los calentadores laterales se activaron y desactivaron manualmente de modo que la
- 10 temperatura se mantuviera entre 110 °C y 120 °C. Una vez que se detuvo la alimentación a la caldera, la caldera funcionó solo con los calentadores de fondo encendidos de manera que la temperatura de la escayola aumentó gradualmente. La temperatura de la escayola aumentó porque la cantidad de agua expulsada disminuyó y había menos que expulsar. Cuando la temperatura alcanzó entre 145 °C y 155 °C se retiró la escayola abriendo la compuerta inferior de la caldera. Si se llevaba a cabo una calcinación discontinua aridizada, se añadía cloruro de calcio con el
- 15 yeso durante el procedimiento de calcinación. Para un lote de 9 kg hubo una adición de 0.1% de cloruro de calcio en peso, o 9 gramos para la calcinación del lote completo. La operación de la calcinación por lotes se realizó de la misma manera que un lote aridizado, solo sin la adición de cloruro de calcio.

- 20 Análisis de tamaño de partícula Malvern: la distribución del tamaño de partícula se midió utilizando un Malvern Mastersizer 2000 (Worcestershire, Reino Unido). La prueba se realizó dispersando la muestra en una solución de alcohol isopropílico en una unidad de dispersión húmeda que funcionaba a 1800 RPM. Se supuso un ajuste de densidad de material de "yeso (promedio)" y la medición se realizó a oscurecimiento entre 10 y 20, después de la sustracción del fondo.

- 25 Demanda de agua de la mezcla en máquina: se determinó una medida de la demanda de agua de la mezcla de la máquina agregando 400 gramos de escayola durante 30 segundos a una cantidad de agua equilibrada a temperatura ambiente, investigada de forma iterativa, que contiene 1.0 g de citrato de sodio, en una batidora (Cuisinart SmartPower (East Windsor, NJ)) seguido de mezclar durante 7 segundos a la velocidad más alta. La lechada mezclada se vertió luego en un cilindro de 5.1cm (2 pulgadas) de diámetro y 10.2 cm (4 pulgadas) de alto sobre una placa de vidrio limpia. Una vez que se llenó el tubo, se levantó en un movimiento vertical rápido que permitió que la lechada se extendiera en una empanadilla de un diámetro medido (conocido como asentamiento). El diámetro objetivo de la escayola en su
- 30 demanda de agua descrita fue de 19.1cm (7.5 pulgadas).

- Resistencia a la compresión: La resistencia a la compresión de un cubo de yeso fraguado se probó colocando escayola en forma de cubos de 2 pulgadas y se probó mecánicamente mediante una máquina de prueba de compresión hidráulica de Test Mark Industries (Beaver Falls, PA). Se mezclaron 600 gramos de escayola, a una demanda de agua descrita, en el transcurso de 30 segundos seguido de una mezcla durante 7 segundos. Luego, la lechada se vertió en un molde cúbico de 5.1 cm (2 pulgadas) en exceso, con charco en las esquinas, con una espátula para eliminar los huecos de aire arrastrados. El exceso de lechada se eliminó luego a nivel con una espátula antes de completar la hidratación, mientras que los cubos se retiraron del molde después de la hidratación completa. El tiempo de fraguado de Vicat se midió utilizando un instrumento de prueba Vicat de Humboldt MFG CO. (Norridge IL). Los cubos se pesaron en húmedo y se secaron durante la noche a 45 °C. Los cubos se volvieron a pesar después de que se hubo completado
- 35 el secado hasta una masa constante. Luego, los cubos se probaron en la máquina de prueba de compresión hidráulica con la superficie superior del cubo enfrentada hacia el lado para evitar cualquier efecto debido a la sedimentación de la gravedad. Los cubos se probaron a una velocidad de carga de 27.2 a 72.6 kg/s (60 a 160 lbs/seg). La resistencia máxima se registró y dividió por el área de superficie del cubo y se informó como la resistencia a la compresión.

- 45 Curvas de aumento de temperatura: La curva de fraguado de una muestra de escayola se determinó midiendo el aumento de temperatura exotérmica de una lechada de escayola en función del tiempo en un calorímetro aislado usando un termómetro Extech Instruments 421508 (Waltham, MA) y un termopar tipo K. Se añadieron 400 gramos de escayola a una cantidad de agua descrita durante 30 segundos y se mezclaron durante 7 segundos. Luego se vertió la mezcla en una taza de espuma de poliestireno en el calorímetro y se selló mientras se registraba la temperatura con una precisión de 0.1 °C en incrementos de 1 segundo. La curva resultante de datos de temperatura versus tiempo se analizó para determinar el aumento de temperatura, el 98% del tiempo de fraguado y el tiempo y temperatura de la pendiente máxima. En algunos ejemplos, donde se agregó el acelerador de molienda de bolas, este acelerador se fabricó mediante molienda con bolas de 750 g de yeso crudo y 15 gramos de un tensioactivo Nansa HS90/AF (Albright & Wilson Americas, Glen Allen, VA, EE. UU.) en Lortone QT12/mezcladora giratoria QT66 (Seattle, WA, EE. UU.) durante 240 minutos. La mezcladora giratoria se cargó con 40 bolas de acero de 2.5 cm (1 pulgada) de diámetro y 20 cilindros de acero de 2.5 cm (1 pulgada) de diámetro de 2.5 cm (1 pulgada) de largo.
- 50
- 55

- Las formas de realización de la invención proporcionan un procedimiento para el tratamiento posterior a la calcinación de un hemihidrato de sulfato de calcio beta, que proporciona un hemihidrato de sulfato de calcio beta con características mejoradas. El procedimiento incluye exponer el hemihidrato de sulfato de calcio (denominado en lo sucesivo escayola) al vapor a presiones superiores a la atmosférica. El procedimiento, cuando se lleva a cabo en las
- 60 condiciones que se describen a continuación, reduce la demanda de agua de la escayola al nivel deseado. En algunas formas de realización, la demanda de agua de la escayola se reduce en al menos un 3% y hasta un 40% o más. En

algunas formas de realización, el procedimiento se lleva a cabo en condiciones que reducen la demanda de agua de la escayola a un nivel deseado, sin promover la conversión de la escayola en anhidrita de sulfato de calcio insoluble y sin promover la conversión de la escayola en dihidrato de sulfato de calcio (yeso). A continuación, se describirán las condiciones.

De acuerdo con la invención, la demanda de agua de la escayola puede reducirse al nivel deseado exponiendo la escayola al vapor a presiones superiores a la atmosférica en una cámara de presión durante un período de tiempo (denominado en adelante el tiempo de residencia). Se ha encontrado que la reducción en la demanda de agua ocurre en un amplio rango de temperaturas y presiones de vapor. Sorprendentemente, se ha encontrado que el tratamiento puede ser efectivo si el vapor se proporciona como vapor sobrecalentado o como vapor saturado o en un ambiente de condensación. Sorprendentemente, también se ha encontrado que el tiempo de residencia requerido para lograr una reducción en la demanda de agua se reduce a medida que aumenta la presión en la cámara de presión, y aumenta la temperatura del vapor. También se ha descubierto que el procedimiento de tratamiento es sorprendentemente rápido en efecto en ciertas condiciones. Además, se ha encontrado que la reducción en la demanda de agua puede modificarse dependiendo del tiempo de residencia. En consecuencia, un usuario puede seleccionar un tiempo de residencia basado en las características deseadas de la escayola. También se ha encontrado que las condiciones de tratamiento pueden ser muy efectivas y al mismo tiempo dar como resultado una escayola después del tratamiento con niveles muy bajos de agua adsorbida y, como resultado, puede reducir la conversión de escayola en yeso al enfriar la escayola tratada.

Para reducir la conversión de la escayola en yeso durante el procedimiento, la escayola se puede proporcionar a una temperatura superior a la temperatura a la que se produce la conversión en yeso, y se puede reducir la cantidad de agua disponible para ser adsorbida por la escayola. En términos generales, la escayola se convertirá en yeso en presencia de agua a temperaturas inferiores a 60 °C. En consecuencia, la escayola se puede proporcionar al procedimiento por encima de 60 °C. Además, la cantidad de agua disponible para ser adsorbida por la escayola puede reducirse reduciendo la cantidad de vapor que se condensa durante el procedimiento de tratamiento. Esto puede verse influenciado de manera beneficiosa al proporcionar la escayola al procedimiento a una temperatura aún más elevada, es decir, muy por encima de 60 °C. Al hacerlo, hay menos agua para convertir la escayola en yeso cuando la escayola se enfría por debajo de 60 °C después de la finalización del procedimiento. En algunas formas de realización, la escayola se puede proporcionar a una temperatura cercana al punto de rocío del vapor. En formas de realización adicionales, la escayola se proporciona en o por encima del punto de rocío del vapor. Es decir, en una forma de realización en la que el procedimiento se lleva a cabo a una presión de 275.8 kPa por encima de la presión atmosférica (40 psi_g), y el vapor se proporciona o se calienta a al menos 143 °C (que es el punto de rocío a 275.8 kPa por encima de la presión atmosférica (40 psi_g)), la escayola se puede proporcionar a una temperatura igual o superior a 143 °C, para evitar que el vapor se condense en la escayola. En formas de realización adicionales, la escayola se proporciona a una temperatura por debajo del punto de rocío del vapor, lo que da como resultado que el vapor se condense en la escayola y la temperatura de la escayola se eleve hacia y eventualmente a la temperatura del vapor aplicado. Sorprendentemente, el procedimiento de tratamiento sigue siendo eficaz para reducir la demanda de agua de la escayola sin dar lugar a niveles excesivos de yeso en la escayola tratada después de enfriar la escayola a menos de 60 °C.

En algunas formas de realización, para reducir la conversión de la escayola en anhidrita insoluble, el vapor se proporciona a una temperatura lo suficientemente baja como para desalentar la formación de anhidrita insoluble a partir de la escayola. Se ha encontrado que tales temperaturas por debajo de aproximadamente 200 °C inhiben tal formación.

Como saben los expertos en la técnica, la calcinación de yeso para fabricar escayola generalmente se lleva a cabo a temperaturas de aproximadamente 120 °C a aproximadamente 190 °C. Se ha encontrado que, si la escayola se toma del procedimiento de calcinación y se proporciona a este procedimiento de tratamiento de la invención, sin una fase de almacenamiento intermedia, la temperatura de la escayola es adecuada para reducir la demanda de agua de la escayola en el procedimiento de tratamiento. También se ha descubierto que la reducción de la demanda de agua puede tener lugar sin causar formación de yeso o formación de anhidrita insoluble durante el procedimiento. En algunas formas de realización, el procedimiento de tratamiento ha dado como resultado la reducción del contenido de yeso. En otras formas de realización, ha reducido el contenido de anhidrita soluble. Por consiguiente, en algunas formas de realización, para reducir la demanda de agua de la escayola a un nivel deseado en un período de tiempo reducido, y evitar la conversión de la escayola en yeso después del enfriamiento, el procedimiento implica proporcionar escayola a la cámara de presión directamente desde el procedimiento de calcinación mientras la temperatura de la escayola está entre 120 °C y 190 °C, y proporcionar vapor a una temperatura de entre 100 °C y 200 °C hasta que la presión en la cámara de presión sea o esté cerca del punto de rocío del vapor y mantener la presión durante un tiempo de residencia determinado. Alternativamente, este procedimiento también ha demostrado ser efectivo para reducir la demanda de agua de escayola almacenada a temperatura ambiente que se ha recalentado en un momento posterior.

Con referencia a la Figura 3, se muestra un procedimiento ejemplar 300 para el tratamiento posterior a la calcinación del hemihidrato de sulfato de calcio beta (escayola). El procedimiento descrito es un procedimiento por lotes; sin embargo, se contempla que el procedimiento puede ser un procedimiento continuo o semicontinuo. En el paso 302, la escayola se proporciona a una cámara de presión. La cámara de presión puede ser cualquier cámara de presión adecuada conocida en la técnica. En la figura 4 se muestra una forma de realización de una cámara de presión

adecuada 400. En la forma de realización mostrada, la cámara de presión 400 comprende un cuerpo de cámara 402, una entrada de escayola 404, una salida de escayola 406 y una entrada de vapor 408. El cuerpo 402 puede fabricarse, por ejemplo, a partir de una tubería de acero inoxidable de 3 pulgadas de diámetro. En algunas formas de realización, el cuerpo 402 puede ser cilíndrico. La entrada de escayola 404 y la salida de escayola 406 pueden comprender, por ejemplo, válvulas de bola. Más específicamente, en algunas formas de realización, la entrada de escayola 404 y/o la salida de escayola 406 pueden comprender válvulas disponibles comercialmente bajo el nombre de Válvula Spheri, de Clyde Materials Handling, Doncaster, Reino Unido. En la forma de realización mostrada, la entrada de vapor 408 se proporciona en una pared lateral de la cámara de presión, y se coloca centralmente a lo largo de la altura de la cámara. En otras formas de realización, la entrada de vapor puede proporcionarse en una pared inferior de la cámara de presión, o en una pared superior de la cámara de presión. Un conducto 410 está acoplado a la entrada de vapor 408, para proporcionar vapor a la entrada de vapor 408 desde la fuente de vapor 412. La fuente de vapor 412 puede ser, por ejemplo, una caldera. El conducto 410 puede ser, por ejemplo, un tubo de cobre que tiene un diámetro interior de aproximadamente 0.64 cm (¼ de pulgada). Una válvula de ventilación 414 está acoplada al conducto de vapor 410, para liberar la presión en la cámara de presión. Un indicador de presión 416 está acoplado al conducto de vapor 410, para medir la presión del vapor entrante. En algunas formas de realización, el cuerpo de la cámara de presión 402 puede estar provisto de un miembro de calentamiento (no mostrado) para calentar las paredes de la cámara de presión. Además, el conducto de vapor 410 puede estar provisto de un miembro de calentamiento. El miembro de calentamiento puede comprender una cinta de calentamiento, por ejemplo, que se envuelve alrededor del cuerpo de la cámara de presión 402 y/o el conducto de vapor. En algunas formas de realización particulares, la cinta calefactora puede ser una cinta calefactora de 120V que tiene un ancho de 2.5 cm (1 pulgada). En otras formas de realización, la cámara de presión puede no calentarse. Por ejemplo, la cámara de presión puede aislarse de modo que haya suficiente calor del vapor y la escayola para evitar la condensación en las paredes de la cámara sin tener que proporcionar calentamiento externo a la cámara. En algunas formas de realización (no mostradas), se puede proporcionar un sensor de temperatura, tal como un termopar o un termómetro, dentro del cuerpo 402 de la cámara de presión. En algunas formas de realización particulares, el termopar puede proporcionarse en una pared de la cámara de presión, y puede colocarse centralmente a lo largo de la altura de la cámara de presión.

Con referencia de nuevo a la Figura 3, la escayola se puede proporcionar a la cámara de presión a una temperatura elevada (en lo sucesivo, la temperatura inicial de la escayola). En algunas formas de realización, la escayola se proporciona a una temperatura inicial de escayola de entre 60 °C y 200 °C. Más específicamente, en algunas formas de realización, la escayola se puede proporcionar a una temperatura inicial de escayola de entre aproximadamente 120 °C y 190 °C. En algunas formas de realización, la escayola se puede proporcionar a la cámara de presión directamente desde un procedimiento de calcinación. En tales formas de realización, la escayola puede calentarse a la temperatura inicial de la escayola en el procedimiento de calcinación, y no puede requerirse un calentamiento adicional de la escayola. En otras formas de realización, la escayola se puede proporcionar desde otro lugar, por ejemplo, un tanque de almacenamiento. En tales formas de realización, en el paso 304, la escayola puede precalentarse antes de proporcionarse a la cámara de presión. En otras formas de realización, la escayola puede proporcionarse a la cámara de presión directamente desde el tanque de almacenamiento, y puede precalentarse en la cámara de presión antes del tratamiento con vapor.

La escayola se puede proporcionar a la cámara de presión en una variedad de formas. Además, la escayola puede no ser hemihidrato de sulfato de calcio puro y puede comprender uno o más de un contenido residual de yeso, un contenido de anhídrido de sulfato de calcio soluble, un contenido de anhídrido insoluble, así como otros compuestos residuales. En algunas formas de realización, la escayola se proporciona como un polvo y se deposita en la cámara de presión para formar un lecho empaquetado de modo suelto. En algunas formas de realización, la cámara de presión tiene un volumen de entre aproximadamente 0.0015 metros cúbicos y aproximadamente 10 metros cúbicos, y está llena de escayola de manera que el lecho empaquetado de modo suelto comprende entre aproximadamente 50% y aproximadamente 95% del volumen, y tal que el lecho sin apretar tiene un espacio vacío de entre aproximadamente 40% y 80%. Sin embargo, en formas de realización alternativas, se pueden usar volúmenes, cantidades de escayola alternativos y espacio vacío.

En el paso 306, se proporciona vapor a la cámara de presión. El vapor puede proporcionarse hasta que se alcance la presión deseada en la cámara de presión. La presión deseada está entre 0.7 kPa y 1447.9 kPa por encima de la presión atmosférica (0.1 psi_g y 210 psi_g). Más específicamente, en algunas formas de realización, la presión deseada está entre 68.9 kPa y 1379.0 kPa por encima de la presión atmosférica (10 psi_g y 200 psi_g). En algunas formas de realización particulares, la presión se selecciona de modo que, a la presión, la temperatura del vapor en el punto de rocío sea igual o cercana (es decir, dentro de +/- 5 °C) de la temperatura de la escayola. Por ejemplo, si la temperatura inicial de la escayola es de 143 °C, la presión se puede seleccionar para que sea de aproximadamente 275.8 kPa arriba de la presión atmosférica (40 psi_g), que es la presión a la cual el punto de rocío del vapor es de 143 °C. En otras formas de realización, la presión puede estar por encima o por debajo de la presión del punto de rocío del vapor a la temperatura de la escayola.

El vapor se puede proporcionar a una amplia gama de temperaturas. En algunas formas de realización, el vapor puede proporcionarse a una temperatura inicial, y puede permanecer esencialmente a la temperatura inicial (por ejemplo, dentro de +/- 5 °C de la temperatura inicial) durante el procedimiento. En otras formas de realización, el vapor puede proporcionarse a una temperatura inicial, y puede calentarse a una temperatura final más alta que la temperatura

inicial dentro de la cámara de presión. En cualquier caso, la cámara de presión puede estar provista de paredes calentadas, ya sea para mantener el vapor a la temperatura inicial o para calentar el vapor a la temperatura final.

En formas de realización en las que el vapor se proporciona a la temperatura inicial y se mantiene esencialmente a la temperatura inicial durante el procedimiento, la temperatura inicial puede estar entre aproximadamente 100 °C y aproximadamente 200 °C. Más específicamente, en algunas formas de realización, la temperatura inicial puede estar entre aproximadamente 115 °C y aproximadamente 195 °C. En algunas formas de realización, el vapor puede proporcionarse de modo que cuando se alcanza la presión deseada, el vapor se sobrecalienta. Por ejemplo, el vapor puede proporcionarse a una temperatura de aproximadamente 143 °C, hasta que se alcance una presión de aproximadamente de 151.7 kPa por encima de la presión atmosférica (22 psi_g) en la cámara de presión. En otras formas de realización, el vapor puede proporcionarse de modo que cuando se alcanza la presión deseada, el vapor está saturado. Por ejemplo, el vapor puede proporcionarse a una temperatura de aproximadamente 143 °C, hasta que se alcance una presión de aproximadamente 275.8 kPa por encima de la presión atmosférica (40 psi_g) en la cámara de presión. En otras formas de realización más, el vapor puede proporcionarse de manera que cuando se alcanza la presión deseada en la cámara de presión, el vapor está en condiciones de condensación. Por ejemplo, el vapor puede proporcionarse a una temperatura de aproximadamente 153 °C, hasta que se alcance una presión de aproximadamente 413.7 kPa por encima de la presión atmosférica (60 psi_g) en la cámara de presión.

En otras formas de realización, como se mencionó anteriormente, el vapor puede proporcionarse a una temperatura inicial, y puede calentarse a una temperatura final dentro de la cámara de presión. En algunas formas de realización, el vapor puede proporcionarse a una temperatura inicial de entre aproximadamente 100 °C y aproximadamente 115 °C, y puede calentarse a una temperatura final de entre aproximadamente 115 °C y aproximadamente 200 °C dentro de la cámara de presión. Más específicamente, en algunas formas de realización, el vapor puede proporcionarse a una temperatura inicial de aproximadamente 100 °C y puede calentarse a una temperatura final de entre aproximadamente 115 °C y aproximadamente 195 °C dentro de la cámara de presión. Por ejemplo, el vapor puede proporcionarse a 100 °C, y las paredes de la cámara de presión pueden calentarse a 143 °C. En consecuencia, a medida que se agrega el vapor, la temperatura del vapor aumentará hacia una temperatura final de 143 °C.

En cualquiera de las formas de realización descritas anteriormente, la temperatura inicial de la escayola, la temperatura inicial y final del vapor y la temperatura de las paredes de la cámara pueden tener una variedad de relaciones. En algunas formas de realización, la temperatura inicial de la escayola y la temperatura de la cámara pueden ser más altas que la temperatura inicial del vapor. En consecuencia, el vapor se calentará a la temperatura final dentro de la cámara de presión. En otras formas de realización, la temperatura inicial de la escayola, la temperatura de vapor inicial y final, y la temperatura de la cámara pueden ser similares o esencialmente iguales. En tales formas de realización, la temperatura del vapor puede permanecer constante dentro de la cámara de presión. En otras formas de realización, la temperatura de vapor inicial y la temperatura de la cámara pueden ser más calientes que la temperatura de escayola inicial. En tales formas de realización, algo de vapor puede condensarse en la escayola a medida que se agrega vapor a la cámara de presión.

Cuando se alcanza la presión deseada, se puede detener el flujo de vapor a la cámara de presión, y se puede mantener la presión en la cámara de presión durante un tiempo de residencia (etapa 308). Durante el tiempo de residencia, se puede proporcionar calor adicional a la cámara de presión, por ejemplo, calentando las paredes de la cámara de presión. Además, durante el tiempo de residencia, se puede proporcionar vapor adicional a la cámara de presión. El tiempo de residencia se puede seleccionar en función de las características deseadas de la escayola. Se ha encontrado que se puede lograr una reducción en la demanda de agua de la escayola para tiempos de residencia de tan solo 5 segundos. Sin embargo, a medida que aumenta el tiempo de residencia, aumenta la reducción de la demanda de agua. Por consiguiente, el tiempo de residencia está entre 5 segundos y 900 segundos. En algunas formas de realización, el tiempo de residencia está entre 5 segundos y 600 segundos. En una forma de realización particular, el tiempo de residencia es de 300 segundos. Por ejemplo, en la fabricación de paneles de pared, puede desearse reducir la demanda de agua de la escayola en aproximadamente un 15%. En consecuencia, el tiempo de residencia puede estar entre 30 y aproximadamente 120 segundos, dependiendo de las otras variables del procedimiento. En otro ejemplo, en la fabricación de moldes para la industria de la cerámica o para el aglomerante de piso, puede desearse reducir la demanda de agua de la escayola en aproximadamente un 35%. En consecuencia, el tiempo de residencia puede ser de aproximadamente 300 segundos o más, dependiendo de las otras variables del procedimiento.

En el paso 310, se libera la presión en la cámara de presión. La escayola puede retirarse inmediatamente de la cámara de presión, o puede dejarse enfriar dentro de la cámara de presión. En el transcurso del tiempo de residencia, dependiendo de la temperatura del vapor, la escayola y las paredes de la cámara, algo de vapor puede condensarse y adsorberse en la escayola, como se describió anteriormente. Se ha descubierto que cuando se libera la presión, una parte del vapor condensado se evapora. En consecuencia, cuando la escayola se enfría por debajo de 60 °C, hay disponible una cantidad reducida de agua para convertir la escayola en yeso.

Cuando la escayola se ha enfriado, puede almacenarse y/o usarse para fabricar productos de paneles de yeso, como paneles de fibra, paneles de pared y composiciones para pisos, u otros productos como paneles de techo, paneles de piso, paneles de revestimiento exterior, bloques de yeso, placas de techo, escayolas de pared de alta resistencia, paneles de yeso reforzados con vidrio, moldes de cerámica, estatuas, escayolas para modelar, escayolas para hacer

patrones, molduras arquitectónicas, escayolas de fundición, escayolas de ingeniería, gránulos absorbentes, cementos para subsidencia de minas y gunitado. Para fabricar los productos de paneles de yeso, la escayola tratada puede combinarse con agua para formar una lechada acuosa. Se ha encontrado que las escayolas tratadas de acuerdo con el procedimiento 300 exhiben una demanda de agua reducida (es decir, requieren menos agua para formar una lechada fluida) en comparación con las escayolas no tratadas. Por consiguiente, en algunas formas de realización, la escayola tratada puede combinarse con entre aproximadamente 3% y aproximadamente 40% menos agua que la que se requeriría para una escayola no tratada. Por ejemplo, si una escayola no tratada requirió aproximadamente 78 ml de agua por 100 g de escayola para formar la lechada, la escayola tratada se puede combinar con menos de 75 ml de agua por 100 g de escayola para formar la lechada.

- Después de mezclar con agua y varios aditivos, la lechada puede verterse en un molde, formarse entre hojas de papel, aplicarse a superficies de pared o verterse en pisos, bombearse y asperjarse sobre superficies o moldes, y puede dejarse fraguar. Se ha encontrado que las lechadas hechas con una escayola tratada de acuerdo con el procedimiento 300 exhiben propiedades beneficiosas normalmente asociadas con escayolas que tienen mayores demandas de agua. Es decir, las lechadas hechas con una escayola tratada de acuerdo con el procedimiento 300 son fluidas, reducen los costos de secado, reducen los costos de dispersantes, son fuertes cuando fraguan, proporcionan buenos detalles en las fundiciones, tienen bajos niveles de sal soluble y tienen una larga vida útil del molde. También permiten procedimientos de fabricación eficientes al mostrar una buena respuesta al acelerador para proporcionar tiempos de fraguado cortos sin endurecimiento temprano o fraguado final tardío en la curva de hidratación.

Ejemplos

20 Ejemplo 1 Tratamiento de yeso natural escayola hemi-hidrato

Se realizó una calcinación continua en caldera a escala de laboratorio utilizando tres muestras de yeso natural; una muestra de baja pureza llamada LP2 de USG, Chicago, EE.UU., una muestra de yeso de alta pureza llamada HP1 utilizada en la fabricación de paneles de yeso, y un yeso triturado muy finamente de alta pureza llamado Terra Alba (TA) también vendido por USG, Chicago, EE.UU. Las temperaturas de calcinación para las 3 muestras de yeso fueron 160 °C, 160 °C y 165 °C, respectivamente, que corresponden a las temperaturas iniciales de la escayola en el procedimiento de tratamiento. Se ha mostrado que esta caldera en estudios anteriores es un modelo preciso de calderas de fabricación actualmente en uso en todo el mundo. El análisis de la fase de yeso de esta escayola mostró que los niveles de pureza abarcan el intervalo que se consideraría típico de lo que se usa comúnmente en todo el mundo. En la Figura 2 se muestra un diagrama del aparato de caldera de laboratorio y se describe a continuación.

- El procedimiento de tratamiento se llevó a cabo utilizando un recipiente presurizado como se muestra en la Figura 4. Este recipiente a presión consistía en un tubo vertical de diámetro interno de 7.6 cm (3 pulgadas) equipado con un puerto de entrada para permitir la entrada de vapor, un manómetro para controlar la presión interna y un puerto de ventilación para liberar la presión después del tratamiento. Para permitir el flujo de material a través de la cámara de tratamiento, se unieron válvulas grandes en la parte superior e inferior de la cámara de tratamiento de modo que la válvula inferior se pudiera cerrar, la escayola fresca se vertió a través de la válvula abierta superior, y luego la válvula superior se cerró para permitir que la cámara se presurizara. Después de que se completó el tratamiento, se ventilo la cámara y se abrió la válvula inferior para liberar la escayola para la prueba.

- La cámara de tratamiento estaba ubicada de manera que la escayola que salía de la caldera podía caer directamente en un área de almacenamiento por encima de la válvula superior para el aparato de tratamiento con el fin de mantener la alta temperatura de la escayola. Además, el aparato de tratamiento general se mantuvo a alta temperatura mediante el uso de una cinta calefactora envuelta alrededor de la cámara de tratamiento de acero inoxidable y el área de almacenamiento inicial. La temperatura total de la cámara antes de la adición de la escayola era aproximadamente la temperatura de calcinación para asegurarse de que la cámara de presión no enfriara la escayola. El vapor fue provisto por una caldera que funcionaba a 150 °C. La presión dentro de la cámara se controló y se agregó vapor hasta alcanzar la presión objetivo, y se completó según fuera necesario para mantener la presión. Esta presión se mantuvo durante diversos períodos de tiempo para determinar el impacto del tiempo de tratamiento para ensayos a 275.8 kPa y 137.9 kPa por encima de la presión atmosférica (40 psi_g y 20 psi_g) de presión de vapor; estas presiones establecieron las temperaturas mínimas de vapor dentro de la cámara suponiendo condiciones de vapor saturado. Como la escayola estaba por encima de esta temperatura, el vapor se sobrecalentó a la temperatura de la escayola.

- Se tomaron muestras después de un tiempo de residencia de 0 minutos (es decir, presionando la cámara y luego liberándola inmediatamente), hasta 30 minutos.

Las muestras de escayola se analizaron para determinar la composición de la fase con los resultados que se muestran a continuación.

Resultados del tratamiento para yeso natural calcinado en caldera de laboratorio

Fuente de yeso natural	Presión (psi _g)	Tiempo (min)	Agua libre%	AIII %	HH %	DH %	Otro %	Tamaño de partícula promedio	DA (ml/100g)
------------------------	-----------------------------	--------------	-------------	--------	------	------	--------	------------------------------	--------------

								mineral (μm)	
LP2	no tratado		0.10	0.00	61.94	13.23	24.82	33.5	77
LP2	40	0	0.34	0.00	68.48	7.09	24.43		70
LP2	40	5	0.27	0.00	68.29	7.15	24.56		49
LP2	40	10	0.34	0.00	71.65	3.13	25.22		55
LP2	40	30	2.36	0.00	65.63	8.67	25.70		56
LP2	20	5	0.28	0.00	61.03	13.26	25.71		69
LP2	20	10	0.44	0.00	65.46	9.27	25.28		62
HP1	no tratado		0.00	3.29	84.65	3.49	8.57	35.5	86
HP1	40	3	0.30	0.05	88.21	3.10	8.64		63
HP1	40	5	0.37	0.00	88.88	2.73	8.40		56
TA	no tratado		0.00	8.43	81.95	2.61	7.01	21.2	80
TA	40	3	0.00	1.59	88.58	2.15	7.68		66

El análisis químico mostró solo cambios modestos en el análisis de fase, con una pequeña cantidad de yeso residual encontrado en la escayola que se convirtió en hemihidrato con el tratamiento con vapor. Además, cuando la muestra de hemihidrato contenía anhidrita soluble, el tratamiento convirtió algo de esta en hemihidrato, pero no necesariamente todo. A pesar de la alta afinidad por la anhidrita soluble para recoger vapor de agua, las muestras con algo de anhidrita soluble después del tratamiento todavía mostraron una reducción significativa en la demanda de agua.

En todos los casos, un mayor tiempo de tratamiento reduce la demanda de agua sin un aumento correspondiente en el contenido residual de yeso.

Ejemplo 2 Diferentes tipos de escayola

Gran parte del yeso utilizado en América del Norte hoy en día es el yeso sintético que se produce mediante el lavado de los gases de combustión que contienen dióxido de azufre de las centrales eléctricas de combustión de carbón, comúnmente llamado yeso de desulfuración de gases de combustión o desulfoyeso. Se obtuvo una muestra de yeso de desulfuración de gases de combustión (LDSG) de una planta comercial de paneles de yeso; el yeso se produce en la estación de generación OPG Lambton cerca de Sarnia, Ontario. Como para el Ejemplo 1, el procedimiento de tratamiento se llevó a cabo para escayola recién calcinada, producida por la caldera continua de laboratorio a una temperatura de calcinación de 160 °C; una vez más esto corresponde a la temperatura inicial de la escayola. La temperatura total de la cámara antes de la adición de la escayola fue aproximadamente la temperatura de calcinación para asegurarse de que la cámara de presión no enfriara la escayola. El vapor fue provisto por una caldera que funcionaba a 150 °C. La presión dentro de la cámara se controló y se agregó vapor hasta alcanzar la presión objetivo, y se completó según fuera necesario para mantener la presión. Esta presión se mantuvo durante diversos períodos de tiempo para determinar el impacto del tiempo de tratamiento para ensayos a una presión de vapor de 275.8 kPa por encima de la presión atmosférica (40 psi_g); estas presiones establecieron temperaturas mínimas de vapor dentro de la cámara suponiendo condiciones de vapor saturado. Como la escayola estaba por encima de esta temperatura, el vapor se sobrecalentó a la temperatura de la escayola. Los resultados de estas pruebas se muestran a continuación.

Fuente de yeso sintético	Presión (psi _g)	Tiempo (min)	Agua libre%	AIII %	HH %	DH %	Otro %	Tamaño de partícula promedio mineral (μm)	DA (ml/100g)
LDSG	no tratado		0.00	5.16	83.53	3.37	7.94	56.1	71
LDSG	40	3	0.13	2.15	86.72	3.26	7.87		57.5
LDSG	40	5	0.13	0.28	89.24	2.48	8.01		56.5

El nuevo procedimiento de tratamiento funciona bien con yeso sintético al reducir la demanda de agua con tiempo de tratamiento en incremento. Téngase en cuenta que una vez más el procedimiento dio lugar a una reducción tanto del contenido de anhidrita soluble como del contenido de yeso residual, y ambos se convierten en hemihidrato.

Ejemplo 3 Presión de tratamiento y tiempo de tratamiento

Los ejemplos anteriores mostraron que al aumentar el tiempo de tratamiento hubo un aumento correspondiente en la reducción de la demanda de agua de mezcla de la máquina. También se realizaron pruebas a diferentes presiones para determinar si la presión general del tratamiento con vapor tendría un impacto en la velocidad y el grado de reducción de la demanda de agua. La escayola para calderas a escala de laboratorio producida continuamente se sometió a tratamientos en diversos momentos y presiones. Los resultados se muestran a continuación. MB se refiere

a la medición del balance de humedad, la pérdida de peso total expresada como porcentaje que tiene lugar al calentar la muestra hasta 200 °C.

El procedimiento de tratamiento se emprendió para la escayola recién calcinada, preparada por la caldera continua de laboratorio a una temperatura de calcinación de 180 °C y 146 °C, y esto corresponde una vez más a las temperaturas iniciales de la escayola. La temperatura total de la cámara antes de la adición de la escayola era aproximadamente la temperatura de calcinación para asegurarse de que la cámara de presión no enfriara la escayola. El vapor fue provisto por una caldera que funcionaba a aproximadamente 150 °C. La presión dentro de la cámara se controló y se agregó vapor hasta alcanzar la presión objetivo, y se completó según fuera necesario para mantener la presión. Esta presión se mantuvo durante diversos períodos de tiempo para determinar el impacto del tiempo de tratamiento para ensayos a una presión de vapor de 275.8 kPa y 413.7 kPa por encima de la presión atmosférica (40 psi_g y 60 psi_g); estas presiones establecieron las temperaturas mínimas de vapor dentro de la cámara, suponiendo condiciones de vapor saturado. Como la escayola hecha a 180 °C estaba por encima de esta temperatura de vapor, el vapor se sobrecalentó a la temperatura de la escayola. Para la escayola hecha a 146 °C, el vapor aplicado por encima de 324.1 kPa por encima de la presión atmosférica (47 psi_g) representará las condiciones de condensación y el vapor se condensará sobre la escayola calentando la escayola a la temperatura de la caldera de aproximadamente 150 °C.

El efecto de la presión de vapor aplicada a lo largo del tiempo sobre la demanda de agua de la mezcla de máquina

Yeso a temp. de calcinación (°C)	Presión (psi _g)	Tiempo (min)	MB (%)	Agua libre%	AIII %	HH %	DH %	Otro %	Tamaño de partícula promedio mineral (µm)	DA (ml/100g)
LDSG -180	no tratado		6.29	0.08	0.00	88.98	3.66	7.36	30 -35 (como en el ejemplo2)	85
LDSG -180	40	0.5	6.3							74
LDSG -180	40	1	6.34							65
LDSG -180	40	2	6.17							66.5
LDSG -180	60	0.5	6.28	0.02	0.00	89.60	3.13	7.27		67
LDSG -180	60	1	6.20	0.01	0.00	89.57	2.69	7.74		59
LDSG -180	60	2	6.16	0.04	0.00	89.89	3.45	6.66		56
LDSG -180	60	5	6.34							55.5
LDSG -180	60	10	8.92							55
HP1 -146	no tratado			0.06	0.00	86.36	4.58	9.06	35.5 (como en el ejemplo1)	83
HP1 -146	20	0.5	6.02	0.15	0.00	88.03	4.09	7.88		82
HP1 -146	29	1	6.10	0.23	0.00	88.46	3.17	8.36		81
HP1 -146	31	1.5	6.23	0.31	0.00	88.76	3.44	7.80		78
HP1 -146	41	3	5.84	0.23	0.00	87.76	3.38	8.85		72
HP1 -146	53	5	5.92	0.21	0.00	88.18	3.18	8.65		64
HP1 -146	59	10	6.76	1.07	0.00	88.56	3.17	8.27		57
HP1 -146	60	20	6.22	0.43	0.00	88.88	2.86	8.26		56

En todos los casos probados para diferentes tipos de calcinaciones y diferentes muestras de yeso, se descubrió que presiones más altas produjeron menores demandas de agua y tiempos de tratamiento más largos dieron lugar a menores demandas de agua.

Téngase en cuenta que en la mayoría de los casos descritos la presión de vapor se suministró preferentemente a una presión correspondiente a una temperatura del punto de rocío que se consideraría por debajo de la temperatura de la escayola (según lo determinado por la temperatura de calcinación) para no promover la condensación en la escayola. Por ejemplo, a 413.7 kPa por encima de la presión atmosférica (60 psi_g), el vapor se condensa a 153 °C. Por lo tanto, a una temperatura de escayola de 180 °C, las condiciones dictarían que no se espera que se produzca condensación. Alternativamente, en los últimos 3 ejemplos de HP1 (146 °C temperatura de la escayola, tratada durante 5, 10 y 20 minutos) la temperatura de condensación del vapor estuvo por encima de la temperatura de la escayola. Se esperaría que esto crearía condiciones de condensación para el vapor de agua en el lecho de escayola, lo que podría promover la conversión indeseable de hemihidrato de nuevo a yeso si la escayola se dejara enfriar por debajo de 60 °C. Sin embargo, las mediciones de análisis de fase son similares a la situación sin condensación y la demanda de agua se redujo de manera similar como en los otros ejemplos. Se observó un pequeño aumento en la humedad libre.

Ejemplo 4 Diferentes procedimientos de calcinación

Para demostrar que este procedimiento funciona con otros procedimientos de calcinación, se trató una muestra de escayola para moldura US1 No1 de la misma manera que para los ejemplos 1-3. Esta muestra se ofrece en el mercado como una escayola beta típico, probablemente producida por una caldera continua a gran escala. Esta escayola tiene una demanda normal de agua de mezcla de máquina de aproximadamente 70-75 ml por 100 g. Las propiedades de

flujo se midieron vertiendo la lechada en una tubería de dimensiones de 10.2 cm (4 pulgadas) de alto con un diámetro de 5.1 cm (2 pulgadas) y luego permitiendo que la lechada fluyera desde la tubería levantándola de la mesa (una prueba de asentamiento de la planta de paneles comúnmente utilizada). En este caso, la extensión se midió para muestras de lechada de mezcla de máquina a 75 ml por 100 g de escayola. La escayola se calentó a 150 °C antes del tratamiento con vapor en un intento de evitar la condensación de vapor en la escayola durante el tratamiento con vapor. La temperatura total de la cámara antes de la adición de la escayola era aproximadamente la temperatura de calcinación para asegurarse de que la cámara de presión no enfriara la escayola. El vapor fue provisto por una caldera que funcionaba a aproximadamente 150 °C. La presión dentro de la cámara se controló y se agregó vapor hasta alcanzar la presión objetivo, y se completó según fuera necesario para mantener la presión. Esta presión se mantuvo durante diversos periodos de tiempo para determinar el impacto del tiempo de tratamiento para ensayos a una presión de vapor de 275.8 kPa por encima de la presión atmosférica (40 psi_g); estas presiones establecieron las temperaturas mínimas de vapor dentro de la cámara suponiendo condiciones de vapor saturado. Como la escayola calentada a 150 °C estaba por encima de esta temperatura, el vapor se sobrecalentó a la temperatura de la escayola.

Los resultados de estas pruebas se muestran a continuación. Téngase en cuenta que la escayola de moldura comercial No1, tratada, tuvo una extensión mucho mayor después del tratamiento.

También se investigó otro procedimiento de calcinación, que es una calcinación en bandeja realizada con yeso HP1 como se menciona en el Ejemplo 1. En la calcinación de bandeja, se extendió 1 kg de yeso en polvo en un lecho delgado sobre una bandeja para hornear de 43.2 cm por 27.9 cm (17 pulgadas X 11 pulgadas) y se colocó en un horno a 140 °C durante 6 horas. Las muestras tratadas se produjeron agregando inmediatamente el material calcinado en bandeja no tratado caliente a la cámara de tratamiento y tratando durante los periodos de tiempo y presiones informados. La temperatura total de la cámara antes de la adición de la escayola era aproximadamente la temperatura de calcinación para asegurarse de que la cámara de presión no enfriara la escayola. El vapor fue provisto por una caldera que funcionaba a aproximadamente 150 °C. La presión dentro de la cámara se controló y se agregó vapor hasta alcanzar la presión objetivo, y se completó según fuera necesario para mantener la presión. Esta presión se mantuvo durante diversos periodos de tiempo para determinar el impacto del tiempo de tratamiento para ensayos a una presión de vapor de 248.2 kPa por encima de la presión atmosférica (36 psi_g); estas presiones establecieron las temperaturas mínimas de vapor dentro de la cámara suponiendo condiciones de vapor saturado. Como la escayola estaba por encima de esta temperatura, el vapor se sobrecalentó a la temperatura de la escayola.

Se observó que cuando hubo una presencia importante de anhídrita soluble, la temperatura de la escayola aumentó como consecuencia de la conversión exotérmica de anhídrita soluble a hemihidrato. Si la cámara se cerraba mientras se producía este aumento de temperatura, la cámara y la temperatura de la escayola aumentaban un poco, pero solo como se esperaba de esta conversión química.

De manera similar, se realizó una calcinación por lotes en el aparato de caldera a escala de laboratorio mediante la adición de yeso HP1 de alta pureza a la caldera precalentada durante 50 minutos mientras se mantuvo una temperatura de 120 °C. Se permitió que continuara la calcinación durante un período adicional de 1 hora 10 minutos. Después de 2 horas en total, la temperatura en la caldera característicamente comenzó a aumentar rápidamente, lo que indicó el final del ciclo de calcinación. Posteriormente, la caldera se descargó a 155 °C. Se produjeron aproximadamente 9 kg de escayola en el lote. Nuevamente, se añadió material calcinado por lotes, no tratado, a la cámara de tratamiento, todavía caliente del procedimiento de calcinación y se trató como se describe. La temperatura total de la cámara antes de la adición de la escayola era de aproximadamente 155 °C para asegurarse de que la cámara de presión no enfriara la escayola. El vapor fue provisto por una caldera que funcionaba a aproximadamente 150 °C. La presión dentro de la cámara se controló y se agregó vapor hasta alcanzar la presión objetivo, y se completó según fuera necesario para mantener la presión. Esta presión se mantuvo durante 5 minutos a una presión de vapor de 365.4 Pa por encima de la presión atmosférica (53 psi_g); estas presiones establecieron las temperaturas mínimas de vapor dentro de la cámara suponiendo condiciones de vapor saturado. Como la escayola calentada a 150 °C estaba por encima de esta temperatura de vapor, el vapor se sobrecalentó a la temperatura de la escayola.

El efecto del procedimiento de calcinación en los resultados del tratamiento

Procedi- miento de calcinación	Presión (psi _g)	Tiempo (min)	MB (%)	Agua libre %	AIII %	HH %	DH %	Otro %	Demanda de agua probada (mL/100g)	Extensión (pulgadas)
USG No 1 escayola de moldura	no tratado		4.43						75	11.5
USG No 1 escayola de moldura	40	10	4.09						75	13.5
Bandeja calcinada	no tratado		1.10	0.00	75.27	13.92	2.54	8.27	86	7.6

Bandeja calcinada	36	3	3.03	0.00	39.00	50.47	2.07	8.46	86	9.8
Caldera de lote	no tratado		5.26						93.5	7.5
Caldera de lote	53	5	5.75						93.5	9

Se espera que este procedimiento funcione ventajosamente con escayola producida por los otros procedimientos de calcinación comúnmente utilizados para hacer escayolas hemihidrato beta.

Ejemplo 5 Análisis de escayola diferente

- 5 Los diferentes procedimientos de calcinación producen diferentes cantidades de anhídrita soluble y es bien sabido que la anhídrita soluble se convierte de nuevo en hemihidrato mediante la absorción de vapor de agua del aire a temperatura ambiente.

10 En este ejemplo, se realizaron tres calcinaciones de desulfoyeso (LDSG) a tres temperaturas de calcinación diferentes (160 °C, 180 °C y 190 °C) para aumentar el nivel de anhídrita soluble que se encontraría en la escayola no tratada. Estas tres escayolas fueron tratadas por este nuevo procedimiento para determinar el impacto general en la demanda de agua. La temperatura total de la cámara antes de la adición de la escayola era aproximadamente la temperatura de calcinación para asegurarse de que la cámara de presión no enfriara la escayola. El vapor fue provisto por una caldera que funcionaba a aproximadamente 150 °C. La presión dentro de la cámara se controló y se agregó vapor hasta alcanzar la presión objetivo, y se completó según fuera necesario para mantener la presión. Esta presión se mantuvo durante diversos períodos de tiempo para determinar el impacto del tiempo de tratamiento para ensayos a presión de vapor de aproximadamente 275.8 kPa, 399.9 kPa y 448.2 kPa por encima de la presión atmosférica (40, 58 y 65 psi_g); estas presiones establecieron las temperaturas mínimas de vapor dentro de la cámara suponiendo condiciones de vapor saturado. Como la escayola estaba por encima de esta temperatura, el vapor se sobrecalentó a la temperatura de la escayola.

20 Las calcinaciones se repitieron utilizando yeso natural HP1. En este ejemplo, se realizaron dos calcinaciones a dos temperaturas de calcinación diferentes (155 °C y 170 °C) para aumentar el nivel de anhídrita soluble que se encontraría en la escayola no tratada. Estas dos escayolas fueron tratadas por este nuevo procedimiento para determinar el impacto general en la demanda de agua. La temperatura total de la cámara antes de la adición de la escayola era aproximadamente la temperatura de calcinación para asegurarse de que la cámara de presión no enfriara la escayola. El vapor fue provisto por una caldera que funcionaba a aproximadamente 150 °C. La presión dentro de la cámara se controló y se agregó vapor hasta alcanzar la presión objetivo, y se completó según fuera necesario para mantener la presión. Esta presión se mantuvo durante diversos períodos de tiempo para determinar el impacto del tiempo de tratamiento para las pruebas a una presión de vapor de 399.9 kPa por encima de la presión atmosférica (58 psi_g), estas presiones establecieron las temperaturas mínimas de vapor dentro de la cámara suponiendo condiciones de vapor saturado. Como la escayola estaba por encima de esta temperatura, el vapor se sobrecalentó a la temperatura de la escayola.

Los resultados de estos estudios se muestran a continuación.

Temperatura de calcinación (°C)	Presión (psi _g)	Tiempo (min)	Agua libre%	AIII %	HH %	DH %	Otro %	DA (ml/100g)
LDSG 160	no tratado		0.85	0.00				91
LDSG 160	40	2						54
LDSG 180	no tratado	0	0.08	0.00				85
LDSG 180	40	1	0.06	0.00				65
LDSG 180	40	2						66.5
LDSG 180	65	1						59
LDSG 180	65	5						55.5
LDSG 190	no tratado	0	0.00	4.14				75
LDSG 190	40	1	0.13	0.23				65
LDSG 190	65	1						60
LDSG 190	65	5						55.5
HP1 155	no tratado		0.00	1.89	85.47	3.87	8.77	80
HP1 155	58	5	0.00	0.35	87.58	3.33	8.74	62
HP1 170	no tratado		0.00	8.84	76.56	4.05	10.55	76
HP1 170	58	5	0.38	0.00	85.50	3.32	11.19	59

Ejemplo 6 Respuesta al acelerador y propiedades de fraguado

Una propiedad que es importante en el uso de hemihidrato beta es poder fraguar la lechada rápidamente. La aceleración del tiempo de fraguado se realiza de la manera más común mediante la adición de yeso finamente molido para actuar como cristales semillas para la disolución de hemihidrato. También se usan aceleradores químicos como el sulfato de potasio, pero a menudo dan lugar a otros problemas de aplicación como resultado de su alta solubilidad y capacidad de migrar a la superficie durante el secado.

Se produjeron dos ejemplos de yeso calcinado en el aparato de caldera continua de laboratorio descrito anteriormente usando LDSG y HP1. El LDSG se calcinó a 175 °C y el HP1 se calcinó a 155 °C. La temperatura total de la cámara antes de la adición de la escayola era aproximadamente la temperatura de calcinación para asegurarse de que la cámara de presión no enfriara la escayola. El vapor fue provisto por una caldera que funcionaba a aproximadamente 150 °C. La presión dentro de la cámara se controló y se agregó vapor hasta alcanzar la presión objetivo, y se completó según fuera necesario para mantener la presión. Esta presión se mantuvo durante diversos períodos de tiempo para determinar el impacto del tiempo de tratamiento para las pruebas a aproximadamente 275.8-310.3 kPa y 413.7 kPa por encima de la presión atmosférica (40-45 psi_g y 60 psi_g) de presión de vapor; estas presiones establecieron las temperaturas mínimas de vapor dentro de la cámara suponiendo condiciones de vapor saturado. Como la escayola estaba por encima de esta temperatura, el vapor se sobrecalentó a la temperatura de la escayola.

Se tomaron muestras de escayola sin tratamiento, así como a diversos niveles de tratamiento. Los tiempos de fraguado se midieron a diferentes niveles de adición del acelerador de yeso triturado para determinar qué tan efectivo fue el yeso triturado para acelerar el tiempo de fraguado. La medición reportada del tiempo de fraguado se realizó en el momento requerido para lograr el 98% del aumento de temperatura en la curva de hidratación a medida que fraguaba la lechada. Todas las mediciones se realizaron a las demandas de agua de mezcla indicadas.

Los resultados a continuación muestran que el tiempo de fraguado para las muestras tratadas puede ralentizarse una cantidad marginal en comparación con las muestras no tratadas equivalentes con 0.3% de agente dispersante de sulfonato de naftaleno agregado (en peso de escayola), pero que esto puede acomodarse fácilmente con la adición de una fracción más acelerador de yeso triturado. Los ejemplos anteriores han demostrado que el procedimiento de tratamiento reduce el contenido residual de yeso y, por lo tanto, no es sorprendente que pueda ser necesaria alguna adición de yeso para lograr un tiempo de fraguado equivalente.

Muestra	Uso de acelerador (g por mezcla de 400 g)	Escayola Demanda de agua (ml/100g)	Demanda de agua de mezcla (ml/ 100g)	98% de tiempo de fraguado (s)	% de hidratación a velocidad máxima de aumento
HP1 -no tratado + 0.3 % en peso NS	0.0	81	73	1693	68.3
HP1 -no tratado + 0.3 % en peso NS	1.4	81	73	786	67.4
HP1 -no tratado + 0.3 % en peso NS	3.0	81	73	664	65.4
HP1 -no tratado + 0.3 % en peso NS	4.5	81	73	592	71.2
HP1 -tratado 140 s 45 psi _g	0.0	73	73	1827	71.3
HP1 -tratado 140 s 45 psi _g	1.4	73	73	772	66.0
HP1 -tratado 140 sec 45psi _g	3.0	73	73	726	68.5
HP1 -tratado 140 s 45 psi _g	4.5	73	73	666	64.2
HP1 -tratado 180 s 40 psi _g	0.0	58	58	1814	59.4
HP1 -tratado 180 s 40 psi _g	4.5	58	58	959	54.1

También se realizó una comparación con un hemihidrato alfa típico, Hydrocal de USG, Chicago, EE. UU. Como se puede ver por los resultados en la siguiente tabla, no se logró un tiempo de fraguado de menos de 1000 segundos usando hemihidrato alfa incluso con una adición significativa de acelerador. El tiempo de fraguado se redujo a 1664 segundos al duplicar el acelerador, pero agregar aún más acelerador no acortó más el tiempo de fraguado.

Se sabe que moler el hemihidrato alfa a un tamaño de partícula más fino ayudará a reducir el tiempo de fraguado, pero como se puede ver en los resultados a continuación, incluso con el molido de bolas del Hydrocal durante tres horas, el tiempo de fraguado solo se redujo a 1400 segundos.

Muestra	Uso de acelerador (g por mezcla de 400 g)	Tiempo de molienda con bolas (h)	Demanda de agua de escayola (ml/ 100 g)	Demanda de agua de mezcla (ml/ 100 g)	98% de tiempo de fraguado (s)	% de hidratación a velocidad máxima de aumento
HP1-tratado 140 s 45 psi _g	3.0	0	73	73	726	68.5
USG Hydrocal	0.0	0	40	66	2835	75.6
USG Hydrocal	0.9	0	40	66	1920	36.7
USG Hydrocal	2.0	0	40	66	1664	37.7
USG Hydrocal	3.0	0	40	66	1670	30.5
USG Hydrocal	0.7	0	40	66	1962	58.8
USG Hydrocal	0.7	1	40	66	1592	31.5
USG Hydrocal	0.7	2	40	66	1403	47.3
USG Hydrocal	0.7	3	40	66	1416	37.1

- 5 Para demostrar más la ventaja del nuevo procedimiento de tratamiento, se realizó una comparación de las propiedades de fraguado de una mezcla de hemihidrato alfa y beta con la misma pureza y demanda de agua de una escayola tratada. Esta comparación se realizó en diferentes proporciones de mezcla, tanto con LDSG, como con HP1 para lograr una demanda efectiva de agua de mezcla que sería equivalente a las muestras tratadas.

- 10 En un ejemplo, se mezclaron 325 g de la escayola beta HP1 no tratado (demanda de agua 81 ml por 100 g) con 75 g de Hydrocal USG (demanda de agua 40 ml por 100 g), lo que da lugar a una mezcla de 81% beta, 19% alfa que midió una demanda de agua de 73 ml por 100 g. La comparación de estos resultados con una muestra tratada equivalente de 73 ml por 100 g (140 segundos 413.7 kPa por encima de la presión atmosférica (45 psi_g)) muestra que la mezcla tiende a fraguarse más lentamente y que el porcentaje de hidratación a la velocidad máxima de aumento también es más lento. Téngase en cuenta que para las muestras de HP1 calcinadas, la proporción de tiempo de hidratación de 98 % de escayola tratada al 98% de tiempo de hidratación no tratada no fue más del 112.5%, mientras que las mezclas alfa / beta de demanda de agua equivalente y el uso del acelerador muestran el 98% de veces de hidratación de la mezcla deben ser de hasta el 120.6% de la muestra no tratada.

- 20 En otro ejemplo, se mezclaron 160 g de la escayola beta LDSG no tratada (demanda de agua 88 ml por 100 g) con 228 g de la escayola alfa Denscal Yeso B5 (demanda de agua 40 ml por 100 g) de Georgia-Pacific, Atlanta, GA, EE. UU. y 12 g de carbonato de calcio "Grow Lime" de All Treat Farms Ltd., Arthur, Ontario, Canadá, que dio como resultado una mezcla de 40% beta, 60% alfa que midió una demanda de agua de 57 ml por 100 g. Se añadió el carbonato de calcio para lograr una pureza de yeso de mezcla global equivalente para asegurar que las mezclas tratadas y mezcladas tendrían un aumento de temperatura equivalente. Para la escayola LDSG tratada solo se necesitó 1 g de acelerador para lograr el tiempo de hidratación equivalente al 98% de aproximadamente 1200 segundos como la mezcla alfa beta con 4 g de acelerador. Para lograr el tiempo de fraguado final requerido, la mezcla alfa/beta debe comenzar el procedimiento de fraguado antes, ya que tiene un fraguado mucho más lento cerca del final de la hidratación. La tasa de hidratación durante el procedimiento de ajuste se puede medir tomando la pendiente de la curva de hidratación de aumento de temperatura. El % de hidratación en la pendiente máxima fue del 63.8% para la escayola tratada, mientras que solo fue del 49.6% para la mezcla alfa/beta.

Muestra	Uso de acelerador (g por mezcla de 400 g)	Demanda de agua de escayola (ml/100g)	Demanda de agua de mezcla (ml/100g)	98% de tiempo de fraguado (s)	% de hidratación a velocidad máxima de aumento	(98 % de tiempo de fraguado de ejemplo/98% de tiempo de fraguado de muestra equivalente no tratada) *100
HP1 -tratado 140 s 45 psi _g	0.0	73	73	1827	71.3	107.9
HP1 -tratado 140 s 45 psi _g	1.4	73	73	772	66.0	98.2
HP1 -tratado 140 s 45 psi _g	3.0	73	73	726	68.5	109.3
HP1 -tratado 140 s 45psi _g	4.5	73	73	666	64.2	112.5

HP1 mezcla (325 g no tratado/75 g Hydrocal)	0.0	81/40	73	1965	65.1	116.1
HP1 mezcla (325g no tratado/75g Hydrocal)	1.4	81/40	73	912	64.1	116.0
HP1 mezcla (325g no tratado/75g Hydrocal)	3.0	81/40	73	777	65.6	117.0
HP1 mezcla (325g no tratado/75g Hydrocal)	4.5	81/40	73	714	55.5	120.6
LDSG -tratado 180 s 60 psi _g	1	57	57	1262	63.8	
LSDG mezcla (160g no tratado/228g B5 alpha/12g CaCO ₃)	0	88/40	57	2280	58.1	
LSDG mezcla (160g no tratado/228g B5 alpha/12g CaCO ₃)	4	88/40	57	1154	49.6	

Ejemplo 7 Propiedades de resistencia a la compresión

Se sabe que rociar el hemihidrato con agua puede reducir la demanda de agua de una escayola, aunque esto sí da lugar a la producción de escayola en el hemihidrato. También se sabe que, si el hemihidrato se calienta lo suficiente durante la calcinación, parte del yeso se convierte en anhidrita insoluble, lo que también reduce la demanda de agua de la escayola. Si bien la reducción en la demanda de agua es ventajosa, se reconoce que el yeso y la anhidrita producidos por estos procedimientos no pueden contribuir a la resistencia general de escayola fraguada en la misma medida que el hemihidrato que queda. Las patentes anteriores relacionadas con los tratamientos de escayola posteriores a la calcinación han discutido este problema y han ofrecido formas de reducir el impacto nocivo de estos tratamientos en la resistencia desarrollada. La forma más común de reducir la demanda de agua es usar agentes dispersantes, como sulfonatos de naftaleno condensados, para hacer que la mezcla sea más fluida. Se sabe que estos materiales tienen un efecto mínimo sobre la resistencia del yeso fraguado seco.

Para probar el efecto de este tratamiento sobre la resistencia a la compresión, las mediciones se realizaron en cubos de 5.1 cm (2 pulgadas) hechos de escayola TA sin tratar (80 ml de demanda de agua por 100 g), hechos con la proporción de escayola a agua ajustada usando un agente dispersante de sulfonato de naftaleno disponible comercialmente, Dilofo GS20; una solución de 40% de sólidos de GEO Specialty Chemicals Inc., Lafayette, IN, EE.UU; en comparación con TA similar, la escayola tratada con 413.7kPa por encima de la presión atmosférica (60 psi_g) y 3 minutos de demanda original de agua fue de 66 ml por 100 g según esta invención. La demanda de agua de mezcla utilizada para ambos conjuntos de cubos fue de 68 ml por 100 g, con los pesos de los cubos secos y las resistencias a la compresión que se muestran en la tabla a continuación.

El procedimiento de tratamiento se realizó para escayola recién calcinada, producida a partir del yeso natural TA calcinado en la caldera continua de laboratorio a una temperatura de calcinación de 165°C; una vez más, esto representa la temperatura de la escayola. La temperatura total de la cámara antes de la adición de la escayola era aproximadamente la temperatura de calcinación para asegurarse de que la cámara de presión no enfriara la escayola. El vapor fue provisto por una caldera que funcionaba a aproximadamente 150°C. La presión dentro de la cámara se controló y se agregó vapor hasta alcanzar la presión objetivo, y se completó según fuera necesario para mantener la presión. Esta presión se mantuvo durante varios períodos de tiempo para determinar el impacto del tiempo de tratamiento para ensayos a una presión de vapor de 413.7kPa por encima de la presión atmosférica (60 psi_g); estas presiones establecieron las temperaturas de vapor mínimas dentro de la cámara suponiendo condiciones de vapor saturado. Dado que la escayola hecha a 165°C estaba por encima de esta temperatura, el vapor sobrecalentó a la temperatura de la escayola.

En otro ejemplo se usó la escayola hecha del yeso de alta pureza HP1. El procedimiento de tratamiento se realizó para la escayola recién calcinada producida a partir del yeso natural HP1 calcinado en la caldera continua de laboratorio a una temperatura de calcinación de 155°C; una vez más, esta representó la temperatura de la escayola. La temperatura total de la cámara antes de la adición de la escayola era aproximadamente la temperatura de calcinación para asegurarse de que la cámara de presión no enfriara la escayola. El vapor fue provisto por una caldera

que funcionaba a aproximadamente 150°C. La presión dentro de la cámara se controló y se agregó vapor hasta alcanzar la presión objetivo, y se completó según fuera necesario para mantener la presión. Esta presión se mantuvo durante diversos periodos de tiempo para determinar el impacto del tiempo de tratamiento para ensayos a una presión de vapor de 413.7 kPa por encima de la presión atmosférica (60 psi_g); estas presiones establecieron las temperaturas de vapor mínimas dentro de la cámara suponiendo condiciones de vapor saturado. Como la escayola hecha a 155 °C estaba por encima de esta temperatura, el vapor se sobrecalentó a la temperatura de la escayola.

Esta escayola HP1 tenía una demanda de agua no tratada de 83 ml por 100 g, pero se usó nuevamente en una mezcla de cubos con la relación de la escayola de agua ajustada usando el agente dispersante de sulfonato de naftaleno disponible comercialmente, Disal GPS; un polvo sólido de Handy Chemicals Ltd., Candiac, Quebec, Canadá. La muestra para comparación etiquetada como HP1 tratada fue una mezcla de 38% de muestra sin tratar de 83 demanda de agua y 62% de una muestra de demanda de agua de 63 ml por 100 g, tratada 3 minutos a 413.7 kPa por encima de la presión atmosférica (60 psi_g). La demanda de agua de ambos cubos fue similar a 68 ml por 100 g.

En ambas comparaciones, la cantidad de acelerador se modificó ligeramente en el caso tratado para incluir más acelerador para normalizar el efecto del tiempo de fraguado sobre la resistencia.

	Acelerador	Dispersante	Peso seco (g)			Resistencia a compresión (psi)		
Muestra	% en peso de escayola	% en peso de escayola	A	B	C	A	B	C
TA1 -no tratado	0.32%	0.40%	144.5	145.6	145.3	2610	2905	2930
TA1 - tratado 3 minutos 60 psi _g	0.44%	0	148.1	149.1	149	2970	2897	3015
HP1 -no tratado	0.17%	0.38%	143.8	144.8		2568	2650	
HP1-62% tratado 3 minutos 60 psi _g / 38% mezcla no tratada	0.22%	0	143.1	142.3		2433	2310	

Como se puede ver a partir de estos resultados, no hay ningún efecto sobre la resistencia de los cubos por el uso de este procedimiento de tratamiento.

Ejemplo 8 Ensayos de plantas con equipo piloto

Se realizó una prueba de planta usando una caldera de producción continua de 4.57 m (15 pies) de diámetro a escala completa para generar la escayola no tratada.

Se desvió una corriente representativa de la salida de la escayola de la caldera del procedimiento de producción normal usando un sistema de transporte de tornillo giratorio aislado de 15.2 cm (6 pulgadas) de diámetro y 30 RPM, para alimentar una cámara de tratamiento de 20 kg de capacidad a escala de prueba. La temperatura medida de la escayola antes de entrar en la cámara de tratamiento fue de 139°C – 144°C, lo que indica que se había producido un enfriamiento mínimo. La cámara de tratamiento a escala de prueba se diseñó de manera similar al aparato a escala de laboratorio descrito, con 2 semi-hemisferios, sello inflable, válvulas de bola, parte superior e inferior de una cámara cilíndrica con la muestra de la escayola sin tratar ingresada que entra a la cámara desde la parte superior mientras la válvula superior está abierta y la válvula inferior está cerrada. Durante un ciclo de tratamiento, ambas válvulas se cerraron y se agregó vapor a la cámara desde una caldera industrial que tenía una presión de vapor máxima de 448.2 kPa por encima de la presión atmosférica (65 psi_g) durante un tiempo de residencia de tratamiento medido. En este sistema, se agregó un regulador de presión entre la caldera y la entrada de suministro de vapor a la cámara de tratamiento para controlar con precisión la presión de vapor que se aplica. La cámara también estaba equipada con un indicador de nivel de llenado que se utilizaría para indicar una cantidad de la escayola a plena carga en la cámara para mantener un volumen reproducible de escayola de un tratamiento al siguiente. Los resultados del ensayo se incluyen a continuación.

La materia prima de yeso utilizada era equivalente al yeso natural descrito como HP1 en el Ejemplo 1. La temperatura de calcinación de la caldera fue de 147°C, que funcionaba a una tasa típica de producción continua de la escayola de 30 toneladas por hora. La escayola se usó fresca a una temperatura muy cercana a la temperatura de calcinación anterior. La temperatura total de la cámara antes de la adición de la escayola era aproximadamente la temperatura de calcinación para asegurarse de que la cámara de presión no enfriara la escayola. El vapor fue provisto por una caldera de 40 HP que funcionaba a aproximadamente 160°C con un regulador de presión para proporcionar la presión de vapor deseada. Se controló la presión dentro de la cámara y se añadió vapor según estaba disponible desde la caldera a través del regulador. Esta presión se mantuvo durante diversos periodos de tiempo para determinar el impacto del tiempo de tratamiento para las pruebas a 193.1 kPa, aproximadamente 275.8 kPa y aproximadamente 413.7 kPa por encima de la presión atmosférica (28 psi_g, aproximadamente 40 psi_g y aproximadamente 60 psi_g) de presión de vapor; estas presiones establecieron las temperaturas mínimas de vapor dentro de la cámara suponiendo condiciones de vapor saturado. Dado que la escayola se hizo a 147 °C, entonces el tratamiento realizado a 193.1 kPa y 275.8 kPa

por encima de la presión atmosférica (28 psi_g y 40 psi_g) dio como resultado una temperatura de escayola por encima de la temperatura de vapor y el vapor se sobrecalentaría a la temperatura de la escayola. Sin embargo, el tratamiento realizado a aproximadamente 413.7 kPa por encima de la presión atmosférica (60 psi_g) daría como resultado que la escayola se calentara por el vapor a aproximadamente 153 °C y algo de condensación tendría lugar en la escayola.

Yeso a temperatura de calcinación (°C)	Presión (psi _g)	Tiempo (s)	MB (%)	Agua libre%	AIII %	HH %	DH %	Otro %	DA (ml/100g)
147	No tratado	0	5.91	0.00	6.05	83.47	3.65	6.83	77
147	28	30	5.92	0.00	3.34	86.17	3.57	6.92	77
147	28	60	5.79	0.00	3.89	85.93	2.08	8.10	76
147	28	120	5.83	0.00	3.54	85.53	3.90	7.04	74
147	28	180	5.96	0.00	2.64	88.17	3.37	5.82	68
147	28	300	5.87	0.00	1.34	88.53	2.99	7.14	65
147	40	180	5.88	0.00	3.12	86.90	2.87	7.12	66
147	40	300	5.89	0.00	3.37	88.40	2.38	5.85	61
147	No tratado	0	5.85	0.00	3.30	85.80	3.32	7.58	78
147	42	120	5.88	0.00	3.62	84.59	3.36	8.42	67
147	42	300	5.72	0.00	3.56	84.89	3.97	7.58	60
147	60	30	5.72	0.00	3.52	84.09	3.88	8.51	67
147	60	60	5.69	0.00	4.00	85.07	3.20	7.73	65
147	62	120	5.81	0.00	2.76	86.45	3.35	7.44	59
147	63	180	5.68	0.00	3.83	85.41	2.92	7.84	58
147	63	300	5.89	0.00	3.14	85.72	2.99	8.15	57
147	62	600	5.89	0.00	0.68	88.33	3.16	7.83	55
147	40	90	5.76	0.00	3.62	85.61	2.38	8.39	69

5

De modo similar a los resultados de laboratorio de los Ejemplos 1 y 3, con grados crecientes del procedimiento de tratamiento aplicado (ya sea presión o tiempo de tratamiento), se redujo la demanda de agua de la escayola inicial no tratada. En la mayoría de los casos se observó la tendencia de anhidrita soluble reducida y contenido de escayola residual reducido.

10

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento posterior a la calcinación para reducir la demanda de agua del hemihidrato de sulfato de calcio beta, que comprende:
 - 5 a) proporcionar un lecho empaquetado de modo suelto de hemihidrato de sulfato de calcio beta en polvo en una cámara de presión a una temperatura inicial de la escayola de entre 60°C y 200°C;
 - b) proporcionar vapor a una temperatura de vapor inicial de entre 100 °C y 200 °C a la cámara de presión para presurizar la cámara de presión a una presión entre 0.7 kPa y 1447.9 kPa por encima de la presión atmosférica (entre 0.1 psi_g y 210 psi_g);
 - 10 c) dentro de la cámara de presión, exponer el hemihidrato de sulfato de calcio beta al vapor a una presión superior a la presión atmosférica durante un tiempo de residencia de entre 5 y 900 segundos;
 - d) liberar la presión en la cámara de presión y retirar el producto tratado de la cámara de presión.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la temperatura inicial de la escayola, la temperatura inicial de vapor, la presión y el tiempo de residencia se seleccionan de los intervalos de los pasos a), b), c) y d) para obtener un producto en el que menos del 2% del hemihidrato de sulfato de calcio beta se convierte en anhídrido de sulfato de calcio y la demanda de agua del hemihidrato de sulfato de calcio beta se reduce en al menos un 3%.
15
3. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, que comprende, además:
liberar la presión y enfriar el hemihidrato de sulfato de calcio beta a una temperatura por debajo de 60 °C.
4. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que:
 - 20 a. el hemihidrato de sulfato de calcio beta se proporciona a la cámara de presión a la temperatura inicial de la escayola, el vapor se proporciona a la cámara de presión a la temperatura de vapor inicial, la cámara de presión se calienta a una temperatura de cámara y el vapor se calienta en la cámara de presión a una temperatura final de vapor superior a la temperatura inicial, y
 - b. la temperatura de la cámara está entre 115°C y 200°C, la temperatura inicial del vapor está entre 100°C y 115°C, y la temperatura final del vapor está entre 115°C y 200°C.
5. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que el vapor tiene una temperatura de punto de rocío a la presión, y el vapor se proporciona a la cámara de presión a una temperatura de vapor inicial dentro de +/- 5°C de la temperatura del punto de rocío.
25
6. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que el vapor tiene una temperatura de punto de rocío a la presión, y el vapor se proporciona a la cámara de presión a una temperatura inicial menor que la temperatura del punto de rocío, y se calienta en la cámara de presión a una temperatura final de vapor dentro de +/- 5°C de la temperatura del punto de rocío.
30
7. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que el vapor tiene una temperatura del punto de rocío a la presión, y la temperatura inicial de la escayola está dentro de +/- 5°C de la temperatura del punto de rocío.
8. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que el tiempo de residencia es de hasta 600 segundos.
9. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en donde la temperatura inicial de la escayola está entre 120°C y 190°C, la temperatura inicial de vapor está entre 115°C y 195°C, y la presión está entre 68.9 kPa y 1379.0 kPa por encima de la presión atmosférica (entre 10 psi_g y 200 psi_g).
35
10. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que durante la etapa c) se proporciona vapor adicional a la cámara de presión.
11. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que durante los pasos b) a c) la cámara de presión se calienta.
40
12. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, que comprende además mezclar el producto tratado con agua para formar una lechada fluida, en el que 10 partes del producto tratado se mezclan con menos de 7.5 partes de agua en peso para formar la lechada fluida.
13. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que el procedimiento es un procedimiento continuo.
14. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que el procedimiento es un procedimiento por lotes.
45
15. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que el vapor se sobrecalienta.

16. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, que comprende además alimentar el hemihidrato de sulfato de calcio beta a la cámara de presión directamente desde un procedimiento de calcinación.

17. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que la temperatura inicial de la escayola está entre 120°C y 190°C.

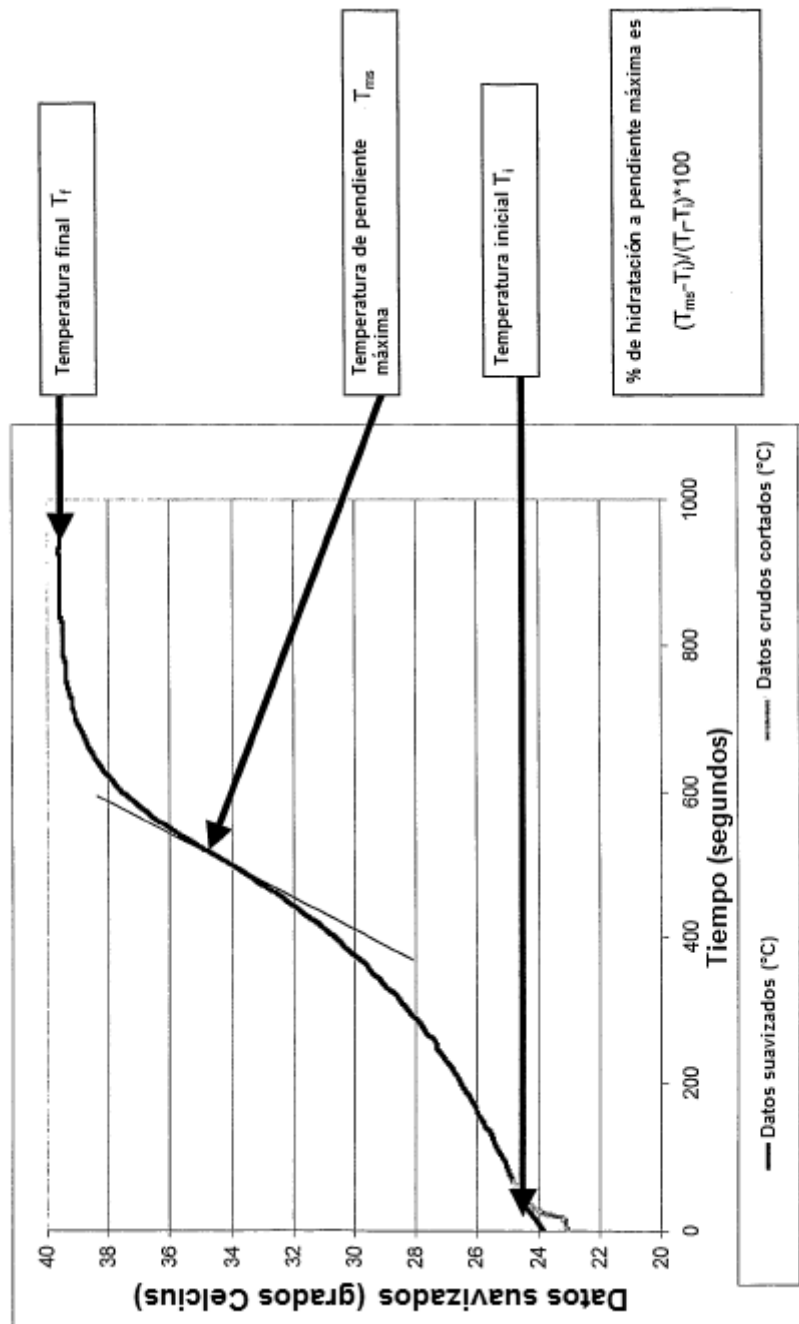


Figura 1

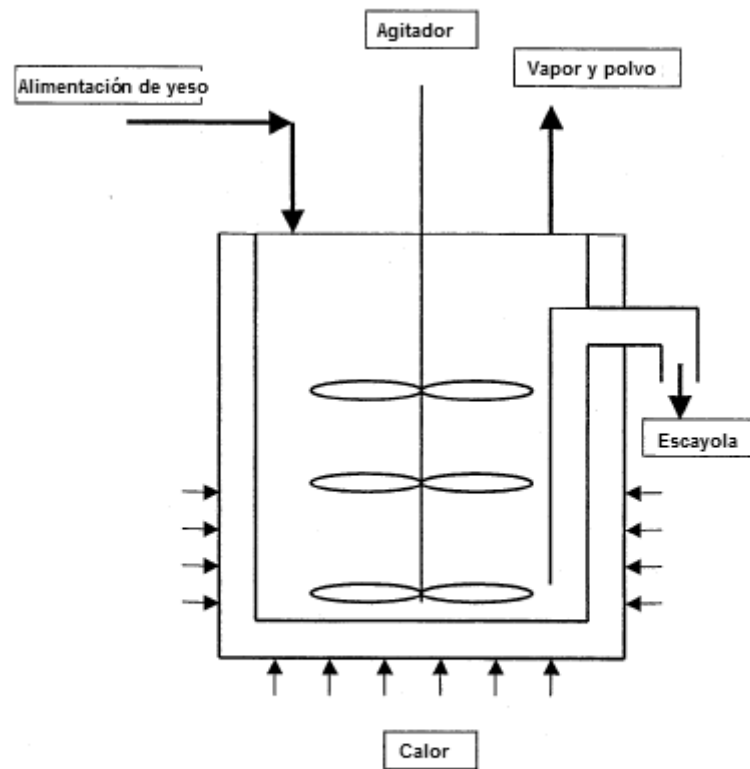


Figura 2

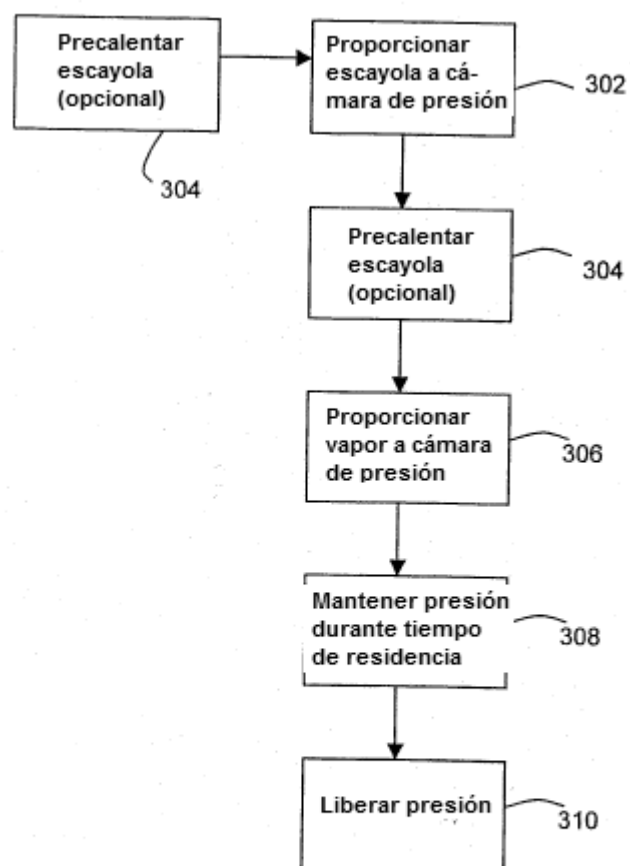


FIGURA 3

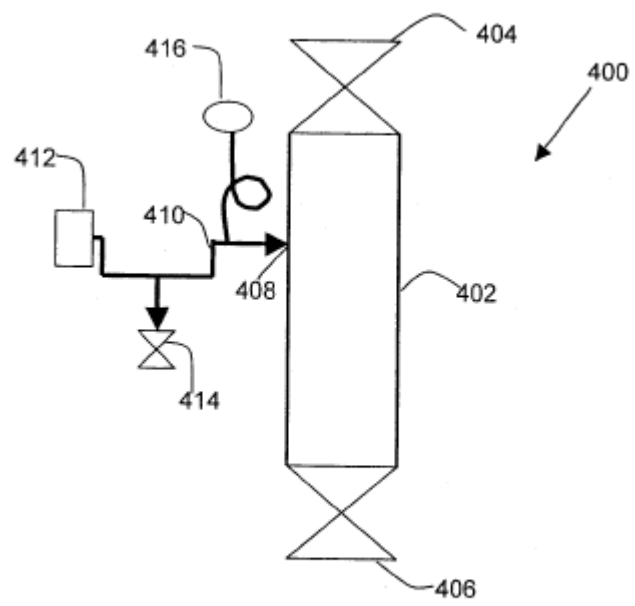


FIGURA 4