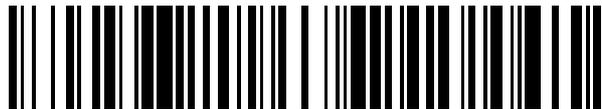


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 665 753**

51 Int. Cl.:

**C01F 11/46** (2006.01)

**C04B 11/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **31.07.2009 PCT/JP2009/063666**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.02.2010 WO10013807**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.07.2009 E 09803045 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.03.2018 EP 2305605**

54 Título: **Proceso para la modificación continua de yeso dihidratado**

30 Prioridad:

**31.07.2008 JP 2008197920**

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

**27.04.2018**

73 Titular/es:

**YOSHINO GYPSUM CO., LTD. (100.0%)  
Shintokyo Building 3-1, Marunouchi 3-chome  
Chiyoda-ku  
Tokyo 100-0005, JP**

72 Inventor/es:

**YOKOYAMA ITARU;  
KATSUMOTO, KOUJI y  
KAWAMURA YASUO**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

ES 2 665 753 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

Proceso para la modificación continua de yeso dihidratado

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un proceso para la modificación continua de yeso dihidratado. De acuerdo con el proceso, el yeso dihidratado existente, tal como el yeso natural o el subproducto de yeso de una o varias fuentes, se modifica de forma continua a una forma cristalina diferente de la forma cristalina original calcinando de una vez el yeso dihidratado existente para dar yeso hemihidratado y recristalizando a continuación el yeso hemihidratado resultante.

**Técnica anterior**

15 Durante años, el yeso dihidratado se ha utilizado extensamente como materia prima para materiales de construcción tales como placas de yeso y escayolas. El yeso dihidratado incluye dos tipos, siendo uno yeso natural, y el otro yeso mecánico. Como yeso químico, una mayoría es subproducto de yeso obtenido como subproducto de diversos procesos químicos tales como los descritos a continuación, aunque existe uno sintetizado a partir de ácido sulfúrico y carbonato de calcio. El yeso de subproducto incluye yeso de desulfurización de gases de escape subproducido en procesos de desulfurización de gases de escape, el fosfoyeso producido mediante tratamiento de la roca fosfatada con ácido sulfúrico, el yeso de neutralización, obtenido neutralizando ácido sulfúrico que se ha producido tras la producción de óxido de titanio, el subproducto policloruro de aluminio del yeso subproducido tras la producción de policloruro de aluminio como floculante en el tratamiento del agua, y similares. Los tamaños de partícula promedio de estos yesos químicos varían generalmente de 30 a 60  $\mu\text{m}$ , y el yeso químico procedente de cristales mayores que este intervalo de tamaño de partículas es muy raro. Existen, sin embargo, aplicaciones para las cuales se desea el yeso dihidratado en cristales mayores de 60  $\mu\text{m}$  de tamaño de partículas promedio. También se sabe que se puede obtener el yeso  $\alpha$ -hemihidratado de tamaño grande y forma regular, por ejemplo, cuando se usa el yeso dihidratado formado de cristales mayores de 60  $\mu\text{m}$  en tamaño de partículas promedio como material tras producir yeso  $\alpha$ -hemihidratado calcinando yeso dihidratado.

30 Sin embargo, no se ha establecido todavía ninguna tecnología para modificar continuamente, mediante un método sencillo, el yeso dihidratado existente como una materia prima -tal como un yeso natural, tal como el yeso de subproducto, como se ha descrito anteriormente, o el yeso residual- en yeso dihidratado, que tiene alta pureza, tiene un tamaño de partículas uniforme y está formado de cristales grandes que tienen un tamaño de partícula promedio de más de 60  $\mu\text{m}$ , por ejemplo, un tamaño de partículas promedio de 64  $\mu\text{m}$  o mayor. Dicha tecnología, si se establece, será extremadamente útil desde un punto de vista práctico. Cuando se usa un producto de yeso tal como una escayola, por otra parte, se pueden producir oscurecimiento o manchas oscuras en o sobre el producto de yeso debido a impurezas solubles o insolubles distintas a sulfato de calcio e incluidas en el material de yeso. A pesar de dicho problema potencial, no existe mucho material de yeso que no contenga impurezas como causa de dicho oscurecimiento o de las manchas oscuras y tenga brillo elevado. Si se pudiera desarrollar una tecnología capaz de modificar el yeso dihidratado, que se ha obtenido del yeso natural, el yeso de subproducto, el yeso residual o similar, a un material de yeso blanco de alta pureza, dicha tecnología será muy útil especialmente para proporcionar una materia prima utilizable para preparar un producto que requiere un brillo elevado, tal como yeso dental.

45 En lo que se refiere a la producción de yeso dihidratado de tamaño de partículas grande, se ha propuesto, tras la producción de yeso dihidratado a partir de un residuo de ácido sulfúrico y carbonato de calcio, dividir un tanque de reacción en dos secciones y preparar la concentración de soluto de yeso más uniforme en el tanque de reacción para mantener la sobresaturación en un grado adecuado para el crecimiento de cristales durante un tiempo prolongado (véase documento de patente 1). Sin embargo, este proceso se refiere a una mejora en el caso de obtener yeso dihidratado mediante una síntesis química, y no modifica un material de yeso de diámetro pequeño o existente, tal como yeso natural o dicho yeso de subproducto como se ha descrito anteriormente, en yeso dihidratado con cristales de tamaño de partículas grande y alta pureza.

55 En cuanto a la eliminación de impurezas de un material de yeso, se ha realizado una propuesta para modificar el material de yeso eliminando eficazmente y con seguridad el cloro o los cloruros que se adhieren o están incluidos o en solución sólida en el interior del material de yeso (véase documento de patente 2). Con vistas a facilitar el reciclaje de productos de yeso, se ha realizado una propuesta adicional acerca de un proceso para tratar el yeso residual para volver a recoger yeso dihidratado de un tamaño de partícula promedio grande (véase documento de patente 3). En estas tecnologías, el yeso dihidratado se convierte de una vez en yeso hemihidratado, que se convierte de nuevo posteriormente en yeso dihidratado a una temperatura de 80°C o inferior. Además, el documento de patente 3 divulga someter el yeso residual a molienda húmeda, incorporar a la suspensión resultante un hidroxicarboxilato de metal alcalino o metal alcalinotérreo que tiene de 4 a 6 átomos de carbono, llevar a cabo el tratamiento térmico bajo presión para convertir el yeso dihidratado en yeso hemihidratado, y a continuación mezclar el yeso dihidratado de entre 40 a 60  $\mu\text{m}$  de tamaño de partículas promedio con la suspensión de yeso hemihidratado para convertir el yeso hemihidratado en yeso dihidratado. El documento de patente 3 describe en cada ejemplo que se obtuvo yeso dihidratado de entre 42 a 62  $\mu\text{m}$  de tamaño de partículas promedio.

Sin embargo, las tecnologías descritas en los documentos de patente 2 y 3 mencionados anteriormente siguen siendo incapaces de conseguir la modificación de un material de yeso, que está compuesto de yeso dihidratado existente tal como yeso natural, yeso de subproducto o yeso natural, en yeso dihidratado con un tamaño de partículas promedio que supere 60 µm, sea de alta pureza y sea aplicable a una amplia gama de aplicaciones. Esta modificación es un problema que se va a resolver con la presente invención. En cada una de las invenciones referidas anteriormente, el proceso de tratamiento es discontinuo y no es un proceso de tratamiento continuo. Por lo tanto, estas tecnologías implican un problema, que se va a resolver, puesto que deberían realizarse mejoras en tecnologías capaces de conseguir mayor productividad y aplicarse a una producción industrial estable.

Se ha realizado una propuesta más adicional de someter el yeso dihidratado a calcinación en seco para convertir este en yeso hemihidratado, formular el yeso hemihidratado resultante en forma de suspensión, y a continuación hidratar el yeso hemihidratado a una temperatura de entre 10 a 60°C para obtener yeso dihidratado de un tamaño de partícula grande (véase el documento de patente 4). Se ilustra un cristalizador preferido en la FIG. 1 del documento de patente 4. Se describe el uso del cristalizador para permitir el tratamiento de deshidratación continuo. De acuerdo con esta tecnología, sin embargo, una suspensión o el agua sobrenadante en el cristalizador rebosa debido a la introducción de yeso hemihidratado o una suspensión de yeso hemihidratado. Por consiguiente, se necesitan instalaciones adicionales para la reutilización o tratamiento de la suspensión que ha rebosado. De acuerdo con un estudio realizado por los presentes inventores, esta tecnología va unida a un inconveniente ya que, como la suspensión en el cristalizador rebosa, el tiempo de residencia de la suspensión varía y el yeso dihidratado resultante no tiene un tamaño de partículas estable.

Cuando el yeso dihidratado modificado es blanco, este se puede utilizar como materia para preparar productos tales como yeso dental, lo que lleva a una ampliación de los campos de aplicación. Aunque no hay especificaciones en cuanto al brillo del yeso, el brillo que un ser humano puede sentir "blanco", por ejemplo, sobre el papel se considera que es 80 o menos en términos de brillo de Hunter. Debe señalarse que cuanto mayor es el valor, más blanco es. Los documentos de patente 2 a 4 descritos anteriormente no contienen ninguna descripción acerca de dicho problema técnico.

### Documentos de la técnica anterior

#### Documentos de Patentes

Documento de Patente 1: JP-A-2006-143503  
 Documento de Patente 2: JP-A-2004-345900  
 Documento de Patente 3: JP-A-2006-273599  
 Documento de Patente 4: JP-A-2008-81329

El documento JP 2005 014389 A divulga una suspensión de estucado para papel de impresora de chorro de tinta.

El documento JP H02 160620 A divulga la hidratación del yeso hemihidrato.

El documento JP 2006 273599 A divulga un método para tratar yeso residual.

### Descripción de la invención

#### Problemas a resolver por la invención

Por lo tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para convertir el yeso dihidratado como materia prima -tal como un yeso natural, uno de diversos yesos de subproducto o yeso residual- en yeso dihidratado modificado de una forma cristalina diferente a la forma cristalina original calcinando de una vez el yeso dihidratado para dar yeso hemihidratado y recristalizando a continuación el yeso hemihidratado resultante y, especialmente, un proceso de modificación para un material de yeso, que codifique de forma continuada el material de yeso a yeso dihidrato que esté en forma de cristales grandes, no estando dichos cristales grandes disponibles de una forma general y teniendo un tamaño de partícula promedio mayor de 60 µm, más preferentemente de 64 µm o mayor, con un tamaño de partículas uniforme y que tenga una alta pureza del 95% o mayor. Otro objeto de la presente invención es proporcionar un proceso de modificación para el yeso dihidratado, que hace posible obtener, mediante un método de tratamiento continuo simple, yeso dihidratado modificado que tenga alta pureza y un tamaño de partículas cristalinas grande, que tenga un color blanco, y pueda evitar la aparición de oscurecimiento o de manchas oscuras en o sobre un producto de yeso tal como una escayola cuando se produce el producto de yeso, aunque dicho oscurecimiento o manchas oscuras se producirían de otra forma debido a impurezas diferentes del sulfato de calcio contenido en el yeso como materia prima tal como yeso natural, uno de los diversos yesos de subproducto o yesos residuales.

**Medios para solucionar el problema**

Los objetos anteriormente descritos pueden conseguirse mediante la presente invención que se va a describir a continuación. Descrito específicamente, la presente invención proporciona un proceso para modificar continuamente el yeso dihidrato, incluyendo dicho proceso (a) una etapa de hemihidratación para someter el yeso dihidratado como materia prima de partida a calcinación húmeda o calcinación seca a una temperatura de calcinación comprendida de 100°C a 250°C para convertir el yeso dihidratado en yeso hemihidratado, (b) una etapa de carga para alimentar el yeso hemihidratado a una suspensión acuosa en un tanque de reacción de recristalización, (c) una etapa de recristalización para hidratar y recristalizar el yeso hemihidratado a yeso dihidratado modificado de una forma cristalina diferente a la del yeso dihidratado como materia prima, y (d) una etapa de descarga para descargar una parte del yeso dihidratado modificado del tanque de reacción de recristalización, donde al menos las etapas (b) a (d) se llevan a cabo de forma continua o intermitente, una velocidad de alimentación del yeso hemihidratado en la etapa de carga (b) y una velocidad de descarga del yeso dihidratado modificado en la etapa de descarga (d) son prácticamente iguales entre sí y cada uno de ellos no supera el 20% de la cantidad total de yeso en el tanque de reacción de recristalización por hora, y la etapa de recristalización (c), la suspensión acuosa en el tanque de reacción de recristalización se mantiene a una temperatura constante no superior a 90°C con agitación de tal manera que la suspensión acuosa se vuelve uniforme para evitar la separación sólido-líquido y la concentración de sólido en la suspensión es del 10 al 50% en peso.

Como realizaciones más preferidas del proceso de modificación continua anteriormente descrito para el yeso dihidratado, puede mencionarse que cumplen los requisitos descritos a continuación además de los requisitos anteriores. Específicamente, para modificar de forma más estable y conseguir yeso dihidratado con un tamaño de partícula mayor, y uniforme y alta pureza, se prefiere que la temperatura de la suspensión acuosa en el tanque de reacción de recristalización en la etapa de recristalización (c) se controle para que sea mayor de 80°C pero no mayor de 90°C, o que el tanque de reacción de recristalización en la etapa de recristalización (c), se añada de forma continua o intermitente yeso dihidratado como cristales de siembra en un intervalo de 0,01% en peso a no más de 5% en peso basado en el yeso hemihidratado que se va a alimentar al tanque de reacción de recristalización. Además de los requisitos anteriormente descritos, también se prefiere que al menos una de la suspensión acuosa en la etapa de hemihidratación (a) cuando se lleva a cabo la etapa de calcinación o la suspensión acuosa en la etapa de recristalización (c), se añada un tensioactivo y/o un agente desespumante en un intervalo de entre 0,01 a 0,2 en peso basado en el yeso dihidratado como materia prima para eliminar los componentes del oscurecimiento contenidos en el yeso dihidratado como la materia prima.

**Efectos ventajosos de la invención**

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un proceso de modificación continua que modifica, mediante un tratamiento continuo simple, el yeso dihidratado como materia prima -tal como yeso natural, uno de los diversos yesos de subproducto o yeso residual- en yeso dihidratado modificado de una forma cristalina diferente, por ejemplo, yeso dihidrato que tiene un tamaño de partículas promedio grande de más de 60 µm, más preferentemente, un tamaño de partículas promedio de 64 µm o mayor. Descrito específicamente, se proporciona un proceso de modificación continua que modifica el yeso dihidratado inicial a yeso deshidratado modificado con una forma cristalina diferente, por ejemplo, yeso dihidratado, que tiene un tamaño de partícula promedio cristalizado de más de 60 µm y que adicionalmente tiene una pureza tal alta como, por ejemplo, 95 o mayor y tiene un tamaño de partícula uniforme, calcinando en primer lugar el yeso dihidratado inicial a yeso hemihidratado y a continuación, realizando un tratamiento de recristalización estable de forma continuada. De acuerdo con la presente invención, se proporciona especialmente un proceso de modificación continua para el yeso dihidratado, que puede modificar el yeso dihidratado como materia prima -tal como un yeso natural, uno de los diversos yesos de subproducto o yeso residual- en yeso dihidratado cristalizado que tiene un tamaño de partículas promedio de 64 µm o mayor y/o una densidad no compactada de 0,8 o mayor. De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, también se proporciona un proceso de modificación para un material de yeso, que puede obtener de forma continua yeso dihidratado modificado que tenga alta pureza y un tamaño de partículas cristalinas grande, que tenga un color blanco, y pueda evitar la aparición de oscurecimiento o de manchas oscuras en o sobre un producto de yeso tal como una escayola cuando se produce el producto de yeso, aunque dicho oscurecimiento o manchas oscuras se producirían de otra forma debido a impurezas diferentes del sulfato de calcio contenido en el material de yeso.

**Breve descripción de los dibujos**

[FIG. 1] La FIG. 1 es un diagrama que muestra un ejemplo de un flujo de un proceso de modificación continua de la presente invención para el yeso dihidratado.  
 [FIG. 2] La FIG. 2 es una ilustración esquemática que describe un ejemplo de equipo para su uso en el proceso de modificación continuo de la presente invención para el yeso dihidratado.  
 [FIG. 3] La FIG. 3 es una micrografía de una materia prima utilizada para la modificación en el Ejemplo 4.  
 [FIG. 4] La FIG. 4 es una micrografía de un yeso  $\alpha$ -hemihidratado obtenido tras una etapa de calcinación en el Ejemplo 4.  
 [FIG. 5] La FIG. 5 es una micrografía de un yeso dihidratado modificado en el Ejemplo 4.

**Modos de llevar a cabo la invención**

La presente invención se describirá a partir de ahora en el presente documento en las realizaciones preferidas. Como el yeso dihidratado que se va a modificar en la presente invención, son de utilidad todos aquellos empleados ampliamente como materias primas de productos del yeso. Descrito específicamente, yeso natural, yeso sintético, diversos yesos de subproducto obtenidos como subproductos de diversos procesos químicos, moldes de yeso residual, yeso residual derivado de residuos de placas de yeso producidos tras construcción o demolición nuevas de casas derruidas, viviendas múltiples o condominios, y similares son utilizables como materia prima en la medida en que es yeso dihidratado. En la presente invención, el yeso dihidratado compuesto de dicha materia prima como se ha mencionado anteriormente (denominado a partir de ahora en el presente documento "yeso bruto") se modifica para dar yeso dihidratado, que tiene un tamaño de cristales grande, alta pureza y un tamaño de partículas uniforme que generalmente no estaba disponible hasta la fecha y se puede usar como material de yeso óptimo para diversas aplicaciones. El proceso de acuerdo con la presente invención incluye al menos una etapa de hemihidratación de la calcinación tal como un yeso bruto como se ha mencionado anteriormente para dar yeso hemihidratado, una etapa de carga para alimentar el yeso hemihidratado a una suspensión acuosa en un tanque de reacción de recristalización, una etapa de recristalización para hidratar y recristalizar el yeso hemihidratado de la suspensión acuosa para convertirlo en yeso dihidratado modificado (denominado a partir de ahora en el presente documento "yeso dihidratado modificado") con una forma cristalina diferente de la del yeso bruto, y una etapa de descarga para descargar una parte del yeso dihidratado modificado del tanque de la reacción de recristalización. En la etapa de recristalización, la suspensión acuosa del tanque de reacción de recristalización se mantiene a una temperatura constante (preferentemente, una temperatura mayor de 80°C) no mayor de 90°C) en agitación de tal manera que la suspensión acuosa se dispersa uniformemente sin separar un componente sólido y un componente líquido entre sí en la suspensión acuosa. En la presente invención, la alimentación del yeso hemihidratado al tanque de reacción de recristalización y la descarga del yeso dihidratado recristalizado y modificado del tanque de reacción de recristalización se llevan a cabo de forma continua o intermitente controlando a la vez la velocidad de alimentación del yeso hemihidratado y la velocidad de descarga del yeso dihidratado recristalizado y modificado de tal manera que sean prácticamente iguales entre sí de tal manera que la velocidad de alimentación y la velocidad de descarga se controlan, cada una de ellas, para que sean un 20% o más pequeñas que la cantidad total de yeso en el tanque de reacción de recristalización, y mediante un tratamiento continuo, el yeso hemihidratado, por tanto, se hidrata y recristaliza para dar el yeso dihidratado modificado. Se realizará a partir de ahora en el presente documento una descripción detallada.

**[Yeso bruto]**

En el proceso de modificación de la presente invención del yeso dihidratado, es más ventajoso si el yeso bruto que se va a modificar tiene un tamaño de partículas promedio de 30  $\mu\text{m}$  o más pequeño. El motivo de esto es que, especialmente, cuando el yeso dihidratado formado de dichos cristales pequeños que tienen un tamaño de partículas promedio de 30  $\mu\text{m}$  o más pequeño se calcina para dar una materia bruta del producto de yeso calcinado, la cantidad de agua necesaria para mezclarse aumenta significativamente, el yeso dihidratado implica por tanto implica un problema que limita las aplicaciones donde el yeso dihidratado es utilizable, y por tanto, existe un deseo desde hace mucho tiempo para desarrollar una tecnología para modificar el yeso dihidratado para dar yeso dihidratado que permita una ampliación de los campos de aplicación. Si el tamaño de partículas del yeso bruto es de 30  $\mu\text{m}$  o más pequeño que el mencionado anteriormente, puede modificarse mediante un tratamiento continuo del yeso dihidratado formado por cristales grandes de más de 60  $\mu\text{m}$ , especialmente 64  $\mu\text{m}$  o más y que tiene una alta pureza y un tamaño de partículas uniforme, aunque dicho yeso dihidratado hasta ahora no ha estado disponible fácilmente, de tal manera que el yeso bruto puede volverse ampliamente utilizable para diversas aplicaciones, y por tanto, se vuelve muy útil desde el punto de vista industrial.

**[Etapa de hemihidratación]**

En el proceso de modificación de la presente invención del yeso dihidratado, el yeso bruto, tal como el que se ha descrito anteriormente se calcina en primer lugar para dar yeso hemihidratado en la etapa de hemihidratación. No se impone limitación concreta sobre el método de calcinación. La temperatura de calcinación es de 100°C a 250°C. Se prefiere, sin embargo, que en la etapa de hemihidratación, el yeso bruto se calcine de forma segura para dar el yeso hemihidratado, un intermedio, en su totalidad, y se disminuya el agua combinada en el yeso hemihidratado resultante, por ejemplo, a un 8% o menos. Como métodos de hemihidratación utilizables en la presente invención para el yeso bruto, existen, por ejemplo, un método que utiliza un calcinador vertical, un calcinador rotatorio, un calcinador de ignición directa o un calcinador calentado indirectamente o similares y realizar la calcinación seca para obtener yeso  $\beta$ -hemihidratado, y un método que lleva a cabo la calcinación húmeda (calcinación presurizada) tal como un método en solución acuosa presurizada que, mediante una reacción catalítica con agua vaporizada presurizada o agua líquida, da como resultado que el yeso bruto se transforme para obtener yeso  $\alpha$ -hemihidratado. En la presente invención, se puede usar cualquiera del método seco y el método húmedo. En este caso, el funcionamiento de la calcinación seca o la calcinación presurizada puede llevarse a cabo tanto de forma continua como mediante un método de calcinación discontinuo. Desde el punto de vista del funcionamiento, se prefiere la calcinación continua para llevar a cabo la modificación de forma continua en un estado estable. Tras obtener el yeso hemihidratado de una manera continua, sin embargo, se prefiere adoptar un método de calcinación continua

diseñado para repetir el funcionamiento de la calcinación seca o la calcinación presurizada de tal manera que la calcinación seca o la calcinación presurizada se lleve a cabo en múltiples etapas. Si la calcinación continua se lleva a cabo mediante únicamente un calcinador, es probabilísticamente inevitable que una parte del yeso bruto alimentado pase brevemente a la forma de yeso dihidratado. Si se diseña para llevar a cabo la calcinación del yeso dihidratado en múltiples etapas, por otra parte, el yeso bruto puede convertirse con mayor seguridad en yeso hemihidratado durante la etapa de hemihidratación. Descrito más específicamente, a medida que el contenido del calcinador donde se lleva a cabo la calcinación se mezcla mediante un agitador, una parte del yeso bruto que se está alimentando continuamente podría salir, tal como está, como una premezcla con el yeso hemihidratado calcinado. Mediante la construcción de un equipo de tal manera que el yeso bruto premezclado pueda calcinarse en un calcinador o calcinadores posteriores, la hemihidratación del yeso bruto puede llevarse a cabo completamente. Como consecuencia, dicha construcción posibilita convertir de forma más segura el yeso bruto en un yeso hemihidratado.

(Modificador de hábitos cristalinos)

En el método de la solución acuosa presurizada (calcinación presurizada) que transforma el yeso bruto en un yeso  $\alpha$ -hemihidratado mediante la reacción catalítica con agua vaporizada o agua líquida, se sabe añadir un ácido carboxílico o una sal del mismo como modificador del hábito cristalino. Dicho ácido carboxílico o sal del mismo es también utilizable de forma adecuada en la presente invención. Los ácidos carboxílicos y sus sales, que son utilizables para llevar a cabo la transformación, incluyen ácido glucónico, ácido succínico, ácido maleico, ácido tartárico, ácido málico, ácido acrílico y ácidos policarboxílicos, y sus sales. Dicho ácido carboxílico o sal del mismo pueden añadirse preferentemente en tal cantidad que esta varía de 0,1 a 2,0% en peso basado en el yeso hemihidratado que se va a alimentar. De acuerdo con otro estudio realizado por los presentes inventores, el yeso dihidratado, recristalizado y modificado de tamaño de partículas promedio grande y alta pureza, puede obtenerse fácilmente cuando el yeso bruto se transforma en un yeso  $\alpha$ -hemihidratado mediante dicho método, como se ha descrito anteriormente, y se alimenta una solución que contiene el yeso hemihidratado resultante (denominado a partir de ahora en el presente documento "una suspensión de yeso hemihidratado o una suspensión"), tal como está, a la siguiente etapa de recristalización para recristalizar el mismo. Cuando un ácido carboxílico o sal del mismo no se usa para la transformación del yeso bruto en yeso hemihidratado como en el caso de la calcinación seca, se prefiere, por lo tanto, controlar de tal manera que dicho ácido carboxílico o sal del mismo, como se ha mencionado anteriormente, se incorpore a la concentración anteriormente descrita en una suspensión de yeso hemihidratado en un tanque de reacción de recristalización que se va a usar en la siguiente etapa de recristalización.

(Tamaño de partículas del yeso hemihidratado)

De acuerdo con un estudio adicional realizado por los presentes inventores, cuando se compara con las condiciones de recristalización que controlan la misma, las características tales como el tamaño de partículas promedio del yeso dihidratado modificado que se va a obtener finalmente están afectadas por el tamaño de partículas y las características del yeso hemihidratado como un intermedio mediante el cual debe proceder el proceso de acuerdo con la presente invención. Descrito específicamente, el tamaño de partículas promedio del yeso  $\alpha$ -hemihidratado resultante es de 30  $\mu\text{m}$  o mayor, de acuerdo con el método de solución acuosa presurizada anteriormente descrito. Cuando se deja que el proceso transcurra usando dicho yeso  $\alpha$ -hemihidratado de 30  $\mu\text{m}$  o más como un intermedio, el yeso dihidratado recristalizado y modificado conforma cristales que tienen un tamaño de partícula promedio mayor. Por otro lado, el yeso dihidratado modificado recristalizado mediante yeso  $\alpha$ -hemihidrato de menos de 30  $\mu\text{m}$  es inferior al recristalizado mediante yeso  $\alpha$ -hemihidrato con un tamaño de partículas promedio de 30  $\mu\text{m}$  o mayor, pero puede modificarse para dar yeso dihidratado de un tamaño de partículas cristalinas mayor que el del yeso dihidratado recristalizado mediante el uso de yeso  $\beta$ -hemihidratado. En cualquier caso, lo que es particularmente importante en el método de modificación de la presente invención para el yeso bruto es que, aunque el yeso natural o el yeso de subproducto se va a modificar y los cristales, después de la modificación son ambos yeso dihidratado, el yeso natural o el yeso de subproducto se convierte de una vez en el yeso hemihidratado como un intermedio entre el yeso natural o el yeso de subproducto y los cristales. Específicamente, el yeso dihidratado tal como el yeso natural o el yeso de subproducto puede convertirse en el yeso dihidratado modificado que está compuesto de cristales de más de 60  $\mu\text{m}$ , especialmente 64  $\mu\text{m}$  o más de tamaño de partículas promedio, está exento de oscurecimiento, tiene un tamaño de partículas uniforme y tiene una alta pureza, si el yeso dihidratado se convierte de una vez con seguridad en el yeso hemihidratado y el yeso hemihidratado se recristaliza a continuación para dar yeso dihidratado de acuerdo con las condiciones especificadas en la presente invención. En la presente invención, solamente es necesario convertir el yeso bruto en yeso hemihidratado mediante un método como se ha descrito anteriormente. El yeso hemihidratado de esta etapa puede ser preferentemente uno que contiene agua combinada en un 8% o menos. Si el agua combinada está incluida en más que este nivel, el yeso bruto permanece como está, de tal manera que las impurezas, como causa de oscurecimiento o de manchas oscuras aumentan, y además, el tamaño de partículas promedio del yeso dihidratado modificado que se va a obtener a través de la recristalización tiende también a volverse más pequeño.

[Etapa de recristalización y etapa de descarga] (Agitación)

En el proceso de modificación de la presente invención del yeso dihidratado, el yeso dihidratado, tal como el yeso natural o el yeso de subproducto, se convierte de forma segura en yeso hemihidratado mediante dicho método que se ha descrito anteriormente, y el yeso hemihidratado se recristaliza para dar yeso dihidratado modificado en las condiciones que se describirán posteriormente en el presente documento. Descrito específicamente, el yeso hemihidratado o la suspensión de yeso hemihidratado obtenida como se ha descrito anteriormente se introduce en primer lugar en un tanque de reacción de recristalización para llevar a cabo la recristalización, y a la vez con agitación, de tal manera que la suspensión se prepara uniforme para evitar la separación de un componente sólido y un componente líquido entre sí, la suspensión se mantiene a temperatura constante para convertir el yeso hemihidratado en el yeso dihidratado modificado. La agitación puede llevarse a cabo mediante cualquier método siempre que la suspensión en el tanque de reacción de recristalización pueda prepararse tan uniforme como sea posible. Específicamente, puede mencionarse un método que utiliza, por ejemplo, paletas de agitación, aunque el método de agitación varía dependiendo de la concentración del yeso hemihidratado. Cuando la suspensión se prepara uniforme como se ha descrito anteriormente, no surgen variaciones en el tiempo de residencia de la suspensión, y por tanto, el yeso hemihidratado puede convertirse en yeso dihidratado modificado que tiene un tamaño de partículas más uniforme. Aunque la reacción de hidratación del yeso hemihidratado para dar yeso dihidratado se lleva también a cabo agitando a la vez una suspensión de yeso en el documento de patente 4 citado anteriormente, la agitación ha de llevarse a cabo lentamente ya que el yeso dihidratado resultante de tamaño de partículas aumentado se descarga desde la parte inferior del cristizador. A diferencia, por tanto, de la presente invención, la agitación, por lo tanto, no se ha llevado a cabo de tal manera que la suspensión sea uniforme.

(Concentración de la suspensión)

La concentración (concentración en sólidos) de la suspensión, que contiene yeso hemihidratado y se usa en la etapa de recristalización del proceso de modificación de la presente invención del yeso dihidratado, es de 10 a 50% en peso, preferentemente de 25 a 40% en peso sobre la base de peso. Una concentración de la suspensión excesivamente alta no se prefiere, ya que la agitación que se va a llevar a cabo en la etapa de recristalización difícilmente puede llevarse a cabo en un estado uniforme. Por otro lado, no se prefiere una concentración de la suspensión excesivamente baja ya que no es factible un procesamiento eficaz y económico.

(Temperatura)

En la presente invención, el yeso hemihidratado se somete a hidratación y recristalización para dar una suspensión. Tras llevar a cabo la hidratación y la recristalización, la temperatura de la suspensión acuosa se controla a una temperatura no superior a 90°C, preferentemente mayor de 80°C. Si la recristalización se continua durante un periodo de tiempo prolongado a una temperatura de 80°C o menor, el tamaño de partículas promedio del yeso dihidratado modificado resultante no permanece estable sino que varía, dificultando por tanto obtener de manera estable el yeso dihidratado modificado con un tamaño de partículas uniforme. Por lo tanto, no se prefiere una temperatura tan baja. Debe señalarse que el yeso dihidratado modificado grande que tiene un tamaño de partículas promedio mayor de 60 µm sigue pudiendo obtenerse incluso a una temperatura de la solución de 70°C o similar. Es, sin embargo, difícil obtener de manera estable dicho yeso dihidratado modificado con un tamaño de partículas uniforme similar como se ha descrito anteriormente. Por lo tanto, no se prefiere una temperatura tan baja. A una temperatura inferior a 70°C, la recristalización aún puede llevarse a cabo con facilidad, pero es difícil convertir de forma estable el yeso hemihidratado en un yeso dihidratado modificado grande que tenga un tamaño de partículas promedio de 60 µm o superior y el yeso dihidratado modificado resultante tiende a conformar cristales de tamaño de partículas pequeño. En este caso, es también difícil obtener de forma estable el yeso dihidratado modificado como cristales densos que tienen una densidad aparente específica grande. Si la temperatura de la solución se ajusta por encima de 90°C, por otra parte, el tiempo requerido para la recristalización tiende a volverse significativamente largo. Por consiguiente, el yeso hemihidratado difícilmente puede convertirse en su totalidad en yeso dihidratado modificado en un tiempo predeterminado, lotes del yeso hemihidratado siguen en forma de yeso hemihidratado, y por tanto, la modificación no se puede llevar a cabo bien económicamente. No se prefiere tampoco dicha temperatura excesivamente alta.

(Alimentación del yeso hemihidratado y descarga del yeso dihidratado)

En la presente invención, se requiere realizar de forma continua o intermitente la alimentación del yeso hemihidratado al tanque de reacción de cristalización y la descarga del yeso recristalizado y modificado desde el tanque de reacción de recristalización en la etapa de recristalización realizando a la vez el control de forma que la velocidad de alimentación (velocidad de carga) del yeso hemihidratado y la velocidad de descarga del yeso dihidratado recristalizado sean prácticamente iguales entre sí. Por ello, si la velocidad de alimentación del yeso hemihidratado es mayor que la velocidad de descarga del yeso dihidratado recristalizado y modificado, la suspensión rebosa del tanque de reacción de cristalización de tal manera que son necesarias instalaciones adicionales para reutilizar o tratar la suspensión. Si la velocidad de alimentación del yeso hemihidratado es menor que la velocidad de descarga del yeso dihidratado recristalizado y modificado, el tanque de reacción de cristalización eventualmente llega a estar vacío, dificultando por tanto realizar la modificación de forma continua. Aunque no se impone limitación

concreta sobre el método de control anteriormente descrito, existe, por ejemplo, un método que mide la concentración de una suspensión que contiene yeso dihidratado modificado y que se va a descargar, calcula el peso del yeso dihidratado modificado a partir del peso de la suspensión descargada, y carga el yeso hemihidratado en una cantidad equivalente al peso de la descarga del yeso dihidratado modificado.

5 En el control de la velocidad de alimentación del yeso hemihidratado y la velocidad de descarga del yeso dihidratado recristalizado y modificado, la velocidad de alimentación y la velocidad de descarga por hora se controlan de tal manera que cada una de ellas se controle al 20% o menos de la cantidad total de yeso en el tanque de reacción de cristalización. No se impone limitación concreta sobre el método de control de la velocidad de alimentación y la  
10 velocidad de descarga. Por ejemplo, existe un método que lleva a cabo el control midiendo continuamente la cantidad de suspensión según el nivel de suspensión en el tanque de reacción de recristalización o el peso total del tanque de reacción de recristalización, controlando a la vez la concentración de la suspensión en el tanque. Se prefiere más lo último debido a que se puede llevar a cabo un control más preciso. Llevando a cabo el control como se ha descrito anteriormente, el yeso bruto puede modificarse de forma más estable para dar yeso dihidratado  
15 modificado de excelentes características mediante un tratamiento continuo.

En la etapa de recristalización del proceso de modificación de la presente invención del yeso dihidratado, la suspensión de yeso hemihidratado se mantiene a temperatura constante con agitación de la suspensión para uniformizarla de manera que no experimente separación sólido-líquido. Tras llevar a cabo la recristalización, se  
20 prefiere controlarla de tal manera que el yeso pueda residir durante 5 horas o más en el tanque de reacción de recristalización. Dicho tiempo de residencia puede conseguirse controlando, a un 20% o menos por hora, la velocidad de alimentación del yeso hemihidratado y la velocidad de descarga del yeso dihidratado como se especifica en la presente invención. De acuerdo con otro estudio adicional de los presentes inventores, para convertir el yeso hemihidratado en su totalidad en yeso dihidratado tras la finalización de la etapa de recristalización,  
25 es particularmente eficaz dejar que una suspensión de la suspensión hemihidratada resida durante 5 horas o más en dichas condiciones, de forma que la suspensión se mantenga a una temperatura de más de 80°C, pero no más de 90°C, como se ha mencionado anteriormente. De acuerdo con otro estudio adicional de los presentes inventores, el yeso hemihidratado puede modificarse de forma estable y eficaz si se ajusta el tiempo de residencia a 5 horas o más, más específicamente, en un intervalo de 5 a 10 horas (a del 10 al 20% en términos de velocidad de descarga  
30 por hora), aunque el tiempo de residencia varía dependiendo del tipo y el tamaño de partícula del material de yeso, la temperatura del líquido, la cantidad de yeso dihidratado que se va a añadir como cristales de siembra, y similares. Un tiempo de residencia más largo es bueno para la recristalización, pero un tiempo de residencia excesivamente largo conduce a una disminución de la productividad e instalaciones más grandes y, por tanto, no es económico.

35 (Método de modificación)

En la presente invención, el método que recristaliza el yeso hemihidratado, que se ha obtenido sometiendo yeso bruto a calcinación seca o calcinación húmeda, para dar yeso dihidratado modificado puede ser tanto continuo como  
40 discontinuo. Sin embargo, la recristalización discontinua implica un problema en que el procedimiento es molesto, el tamaño de partículas del yeso dihidratado recristalizado no es estable de un lote a otro, el yeso dihidratado puede obtenerse difícilmente de forma estable como cristales grandes, y la productividad es inferior. De acuerdo con el proceso de modificación continuo de la presente invención del yeso dihidratado, la etapa de recristalizar el yeso hemihidratado para dar yeso dihidratado se lleva a cabo de forma continua de tal manera que puede llevarse a cabo la modificación continua más fácilmente en un estado estable. La recristalización continua, que se lleva a cabo en la  
45 presente invención, puede llevarse a cabo preferentemente mediante un método con un tanque multietapa que lleva a cabo la reacción de recristalización por etapas. Debe indicarse que la expresión "recristalización discontinua" como se usa en el presente documento, significa un método que divide el tratamiento para cada reacción de recristalización, descarga de la suspensión de yeso dihidratado en una cantidad de 50% o más desde el tanque de reacción tras la finalización de cada reacción de recristalización y, a continuación carga la suspensión hemihidratada para someterla a la siguiente reacción de recristalización. Por otro lado, la expresión "recristalización continua"  
50 significa un método que lleva a cabo la alimentación del yeso hemihidratado y la descarga del yeso dihidratado recristalizado de forma constante sin interrupciones o lleva a cabo la alimentación y la descarga intermitentemente. En la presente invención, la velocidad de alimentación del yeso hemihidratado y la velocidad de descarga del yeso dihidratado se controlan para que sean prácticamente iguales entre sí como se ha mencionado anteriormente. En  
55 este caso, es más preferido un método tal que la velocidad de alimentación del yeso hemihidratado y la velocidad de descarga del yeso dihidratado por hora son, cada una de ellas, 20% o menos de la cantidad total del yeso en todos los tanques de reacción, en otras palabras, se prefiere más controlar de forma que el tiempo de residencia del yeso en el tanque de reacción de cristalización sea de 5 horas o más. De acuerdo con dicho control, el yeso dihidratado existente tal como yeso natural, yeso de subproducto o yeso residual pueden modificarse de forma estable y eficaz  
60 para dar yeso dihidratado, que tiene un tamaño de partículas grande, una pureza alta y un tamaño de partículas uniforme y está en una forma cristalina diferente, mediante un tratamiento continuo.

El tanque de reacción a usar en la etapa de recristalización puede estar en la forma de un tanque individual, o puede estar en la forma de dos o más tanques conectados entre sí tanto en serie como en paralelo para llevar a cabo el tratamiento en múltiples etapas (véase la FIG. 2). Al llevar a cabo el tratamiento como se ha descrito anteriormente, el yeso hemihidratado sustancialmente completo puede convertirse más fácilmente en yeso dihidratado modificado, y además, el yeso dihidratado modificado puede obtenerse con alta pureza. Se prefiere por tanto el uso de tanques plurales. Cuando se somete el yeso hemihidratado a recristalización mediante tanques de reacción plurales, es necesario llevar a cabo el control de tal manera que el tiempo de residencia en los tanques individuales quede comprendido en el intervalo anteriormente descrito. De acuerdo con otro estudio adicional de los presentes inventores, ajustando las temperaturas del segundo y tanques adicionales, que están conectados en serie, para disminuir la del primer tanque, puede reducirse el tiempo de residencia global. En este caso, la temperatura del líquido de al menos el primer tanque puede controlarse preferentemente a una temperatura de más de 80°C pero no más de 90°C.

(Método de descarga)

En la presente invención, no se impone limitación concreta en el método de descarga del yeso dihidratado modificado ya que se requiere llevar a cabo la recristalización bajo agitación de tal manera que la suspensión de yeso hemihidratado en el tanque de reacción de cristalización sea uniforme. El método de descarga puede ser, por ejemplo, cualquiera de un método que haga que la suspensión rebose o un método que descargue la suspensión desde una localización deseada del tanque de recristalización controlando a la vez el nivel o el peso de la suspensión en el tanque de recristalización.

(Cristales de siembra)

Se prefiere también en la presente invención añadir de forma continua o intermitente yeso dihidratado como cristales de siembra en una pequeña cantidad al tanque de reacción de recristalización. Como cantidad específica a añadirse, se prefiere añadir cristales de siembra en un intervalo no inferior al 0,01% en peso, pero más pequeño que el 5% en peso, más preferentemente, en un intervalo de 0,05 a 2,0% en peso, basado en el yeso hemihidratado que se va a alimentar. De esta manera, puede obtenerse de forma más estable el excelente yeso dihidratado descrito anteriormente. La adición de cristales de siembra no es esencial en la presente invención, pero de acuerdo con otro estudio más adicional de los presentes inventores, el tamaño de partícula del yeso dihidratado modificado tiende a ser más uniforme cuando no se añaden cristales de siembra, y el tamaño de partículas del yeso dihidratado modificado tiende a volverse más pequeño cuando se añaden cristales de siembra en una cantidad excesiva. Para obtener un producto de mayor calidad, se prefiere, por tanto, la adición de cristales de siembra en una pequeña cantidad.

De acuerdo con otro estudio más adicional de los presentes inventores, los cristales de siembra que se van a añadir al tanque de reacción de recristalización pueden tener preferente 40 µm o ser menores, más preferentemente 30 µm o menores de tamaño de partículas promedio ya que su tamaño de partículas rige el tamaño de partículas promedio del yeso dihidratado modificado que se va a obtener mediante la recristalización. Cuando se añaden cristales de siembra de dicho tamaño, los cristales de siembra pueden provocar su efecto de manera estable mediante su adición en una pequeña cantidad en el intervalo anteriormente descrito, y en la etapa de recristalización, puede obtenerse yeso dihidratado modificado de tamaño de partículas promedio estable. Si el tamaño de partículas de los cristales de siembra es excesivamente grande, por otra parte, su efecto como cristales de siembra se reduce incluso cuando se añaden. Por lo tanto, no se prefiere dicho tamaño de partículas excesivamente grande.

Cuando el yeso dihidratado de un tamaño de partícula pequeño tal que el tamaño de partículas promedio es, por ejemplo, 30 µm o más pequeño se usa como yeso bruto que a modificar en la presente invención, el yeso dihidratado a modificar se puede usar también como dichos cristales de siembra. Si el yeso bruto no es adecuado como cristales de siembra, sin embargo, es posible usar yeso dihidratado inicial de tamaño de partícula pequeño obtenible a partir de la recristalización de una suspensión de yeso hemihidratado una vez que el yeso bruto se calcina para preparar la suspensión de yeso hemihidratado en la etapa de hemihidratación como se ha descrito anteriormente. Por ejemplo, una parte de la suspensión del yeso hemihidratado anteriormente descrito obtenido en la etapa de hemidratación que se ha descrito anteriormente se puede introducir en un tanque de reacción en un sistema diferente del sistema del tanque de reacción donde se lleva a cabo la recristalización, y una suspensión de yeso dihidratado de tamaño de partícula pequeño obtenida llevando a cabo la cristalización a una temperatura de 70°C o menos en el tanque de reacción puede añadirse al yeso hemihidratado que se va a alimentar al tanque de reacción de recristalización de tal manera que la suspensión del yeso dihidratado de tamaño de partícula pequeño está contenida en el intervalo no inferior a 0,01% en peso sino inferior al 5,0% en peso en términos de yeso.

[Realizaciones más preferidas]

Como realizaciones más preferidas, la presente invención puede constituirse como se describirá a continuación además de lo anterior.

En el proceso de modificación de la presente invención del yeso dihidratado, es más preferido incluir adicionalmente una etapa para separar el yeso dihidratado modificado, que tiene pocas impurezas insolubles y tamaño de partículas grande, después que la suspensión del yeso dihidratado recristaliza y se modifica en la etapa de recristalización, se descarga del tanque de reacción de cristalización, y llevar a cabo un método que agita el yeso dihidratado modificado en agua, deja reposar la suspensión resultante y separa los cristales grandes con velocidad de sedimentación elevada. Se prefiere también incluir además una etapa de deshidratación y de lavado, para dar un producto final, el yeso dihidratado modificado separado como se ha descrito anteriormente (véase la FIG. 1). Cuando se constituye como se ha descrito anteriormente, es posible obtener yeso dihidratado modificado de forma más estable con un contenido bajo en impurezas insolubles, no contiene mucho oscurecimiento, tiene un tamaño de partículas grande de más de 60  $\mu\text{m}$ , especialmente 64  $\mu\text{m}$  o más, dicho tamaño de partículas grande no ha sido convencionalmente habitual, y tiene un tamaño de partículas uniforme. Se realizará una descripción posteriormente en el presente documento acerca de un método de separación específico. Debe señalarse que se puede utilizar este método de separación, independientemente de la tecnología de modificación de la presente invención del yeso dihidratado, como tecnología para obtener yeso blanco a partir de yeso bruto tal como yeso natural, uno de los diversos yesos de subproducto o yesos residuales.

En la presente invención, el yeso dihidratado -como materia prima tal como yeso natural, uno de los diversos yesos de subproducto, o yesos residuales -se transforma en yeso hemihidratado. Tras llevar a cabo la transformación, es posible utilizar, tal como se ha mencionado anteriormente, el método que lleva a cabo la calcinación seca para obtener el yeso  $\beta$ -hemihidratado, o un método de calcinación presurizado tal como el método de la solución acuosa presurizada que obtiene un yeso  $\alpha$ -hemihidratado llevando a cabo la transformación a través de la reacción catalítica con agua vaporizada o agua líquida. Cuando se obtiene el yeso hemihidratado mediante el método de solución acuosa presurizada de los métodos anteriormente mencionados, se obtiene el yeso hemihidratado como una suspensión que contiene el yeso hemihidratado. Puede llevarse a cabo, por ejemplo, un tratamiento continuo, introduciendo la suspensión de yeso hemihidratado, tal como está, en el tanque de reacción de cristalización y a continuación llevarse a cabo la recristalización en las condiciones especificadas en la presente invención. Cuando se obtiene el yeso  $\beta$ -hemihidratado llevando a cabo la calcinación seca, por otra parte, el yeso hemihidratado puede convertirse en el yeso dihidratado modificado introduciendo cuantitativamente el yeso hemihidratado directamente en el tanque de recristalización, añadiendo una cantidad predeterminada de agua caliente al mismo tiempo para conformar el yeso hemihidratado en una suspensión, y a continuación llevar a cabo la recristalización en las condiciones especificadas en la presente invención.

(Agente de control de la forma cristalina)

En el proceso de modificación de la presente invención del yeso dihidratado, se prefiere, en cada una de las realizaciones anteriormente descritas, para poner la suspensión del tanque de reacción de hemidratación y/o tanque de reacción (en el método de calcinación presurizada) en un estado en que un ácido carboxílico o una sal del mismo seleccionada entre ácido glucónico, ácido succínico, ácido maleico, ácido tartárico, ácido málico, ácido acrílico o un ácido policarboxílico, o una sal del mismo está contenido como se ha descrito anteriormente. La cantidad que se va a añadir puede ajustarse en un intervalo de preferentemente entre 0,1 a 2,0% en peso, más preferentemente de 0,1 a 1,0% en peso, aún de forma más preferente de 0,1 a 0,7% en peso basado en el yeso hemihidratado. De acuerdo con un estudio más de los presentes inventores, se considera que dicho ácido carboxílico o sal del mismo funciona como un agente de control de la forma cristalina. Si no se añade dicho ácido carboxílico o sal del mismo, en algunos casos, es posible que no se pueda obtener de forma estable uno que tenga un tamaño de partículas promedio deseado, especialmente cuando se lleva a cabo una operación de modificación de forma continua. En cuanto a la cantidad que se va a añadir, una cantidad excesivamente pequeña implica un problema ya que el yeso dihidratado modificado resultante tiene una relación de aspecto grande, mientras que una cantidad excesivamente grande va acompañada de problemas en que la recristalización se vuelve lenta, el coste de funcionamiento requerido para el agente de control aumenta y, por tanto, el proceso de modificación no es económico. Como manera específica de adición del agente de control de la forma cristalina, dicho ácido carboxílico o sal del mismo puede añadirse en un intervalo de entre 0,1 a 2,0 partes en peso por 100 partes en peso de yeso bruto a un calcinador presurizado o la suspensión de yeso bruto antes de la calcinación presurizada cuando el yeso bruto se somete a calcinación presurizada para obtener yeso hemihidratado. Dicho ácido carboxílico o sal puede añadirse directamente a la suspensión del tanque de reacción de recristalización cuando el yeso bruto se somete a  $\beta$ -calcinación seca para obtener yeso hemihidratado.

De acuerdo con otro estudio más adicional de los presentes inventores, se prefiere particularmente añadir succinato de sodio en un intervalo de 0,1 a 1,0% en peso, siendo más preferido de 0,1 a 0,7% en peso, basado en el yeso en la etapa de recristalización. En la etapa de hemidratación, puede añadirse preferentemente succinato de sodio como modificador del hábito cristalino en un intervalo de 0,1 a 1,0 en peso en una etapa donde el yeso dihidratado, que está contenido en un material de yeso, se transforma en un yeso  $\alpha$ -hemihidratado mediante la reacción catalítica con agua vaporizada o agua líquida. Por ello, cuando la transformación se lleva a cabo como se ha descrito anteriormente, la transformación a  $\alpha$ -hemihidratado puede llevarse a cabo completamente, y además, mediante tratamiento continuo de la suspensión de yeso  $\alpha$ -hemihidratado, tal como está, en la etapa de recristalización, el yeso hemihidratado se convierte en yeso dihidratado modificado en la forma de cristales de 64  $\mu\text{m}$  o mayor de tamaño de partículas promedio.

De acuerdo con otro estudio más adicional de los presentes inventores, el succinato de sodio y otro compuesto del tipo de ácido policarboxílico puede utilizarse en combinación en un intervalo de 0,05 a 0,2% en peso y en el intervalo de 0,01 a 0,1% en peso, respectivamente, basado en el yeso como agentes de control de forma cristalina para inducir la recristalización en la solución. En lo anterior, se prefiere más usar succinato de sodio y el otro compuesto del tipo del ácido policarboxílico en combinación en entre 0,07 a 0,15% en peso y entre 0,01 a 0,08% en peso, respectivamente. Cuando el agente de control de forma cristalina anteriormente descrito se añade en la etapa de calcinación presurizada en la etapa donde el yeso dihidratado contenido en el material de yeso se transforma en un yeso  $\alpha$ -hemihidratado mediante la reacción catalítica con agua vaporizada o agua líquida, la transformación en el yeso  $\alpha$ -hemihidratado se lleva a cabo completamente, y además, mediante tratamiento continuo de la suspensión de yeso  $\alpha$ -hemihidratado resultante tal como está en la etapa de recristalización, el yeso hemihidratado se puede convertir en yeso dihidratado modificado en la forma de cristales de 64  $\mu\text{m}$  o mayor de tamaño de partículas promedio. En cuanto a la cantidad que se añadirá, una cantidad excesivamente pequeña proporciona el yeso dihidratado modificado resultante con una relación de aspecto grande y no se prefiere, mientras que una cantidad excesivamente grande conduce a una recristalización lenta y un mayor coste de ejecución de los agentes de control, y por tanto, a inconvenientes económicos.

(pH)

El pH de la suspensión de yeso hemihidratado que se va a introducir en el tanque de reacción para su tratamiento de recristalización puede ajustarse preferentemente a  $7,0 \pm 2,0$ , más preferentemente a  $7,0 \pm 1,5$ . Como una de las propiedades físicas requeridas para los productos de yeso, está el pH. Se desean productos de yeso con alrededor de pH neutro en muchos casos. tras la transformación en un yeso  $\alpha$ -hemihidratado utilizando un compuesto que contiene carbonilo como un modificador del hábito cristalino, sin embargo, su efecto como modificador del hábito cristalino puede lograrse fácilmente si el pH de la solución se ajusta al lado alcalino. Cuando se toma en consideración la calidad del producto, se prefiere, por lo tanto, ajustar el pH de la suspensión de yeso hemihidratado en dicho intervalo como se ha descrito anteriormente de tal manera que se proporciona el material de yeso modificado resultante con un pH alrededor del neutro.

(Tensioactivo y/o agente desespumante)

En la etapa de recristalización del proceso de modificación de la presente invención del yeso dihidratado, uno o más tensioactivos y/o agentes desespumantes se pueden incorporar en un intervalo de entre 0,01 a 0,2% en peso en total en el tanque de reacción de recristalización. Los tensioactivos utilizables incluyen tensioactivos basados en alquilbencenosulfonato, tensioactivos basados en alquilsulfato, tensioactivos basados en alquiersulfato, tensioactivos basados en ligninsulfonato, tensioactivos basados en naftaleno sulfonato, tensioactivos basados en bisfenol, y tensioactivos basados en policarboxilato. Por otro lado, los agentes desespumantes que se pueden usar incluyen igualmente agentes desespumantes basados en poliéter, agentes desespumantes basados en ácidos grasos, agentes desespumantes basados en aceites minerales, agentes desespumantes basados en silicona y agentes desespumantes basados en emulsiones. La adición de dicho tensioactivo o agente desespumante posibilita separar de forma adecuada los componentes de oscurecimiento, que son las mencionadas impurezas como causantes del oscurecimiento o de manchas oscuras, después de recoger el yeso dihidratado tras la finalización de la recristalización. De acuerdo con otro estudio más adicional de los presentes inventores, los tensioactivos basados en alquilbencenosulfonato y los tensioactivos basados en policarboxilato son también eficaces como agentes de control de formas cristalinas, y por tanto, el uso combinado de dicho tensioactivo tiene una ventaja en que la se puede reducir la cantidad del agente de control de formas cristalinas anteriormente descrito que se va a incorporar.

[Etapa de separación como tecnología para obtener yeso blanco]

Tal como se ha descrito anteriormente, preferentemente se proporciona el proceso de modificación de la presente invención para el yeso dihidratado con una etapa adicional para separar el yeso dihidratado recristalizado después de dicha etapa de recristalización, como se ha descrito anteriormente, y adicionalmente llevar a cabo un tratamiento como se describirá a continuación para aumentar su valor como material para productos del yeso. Tal como se ha mencionado ya anteriormente, se puede usar también este método de separación, como tecnología para obtener yeso blanco, independientemente de la tecnología de modificación de la presente invención del yeso dihidratado. Se realizará a partir de ahora en el presente documento una descripción acerca de este método de separación. Tras finalizar la etapa de recristalización, los componentes de oscurecimiento pueden eliminarse de la suspensión, que contiene yeso dihidratado modificado, mediante tal método de elutriación como se describirá a continuación. Al recristalizar el yeso hemihidratado en la etapa de recristalización, las impurezas solubles o insolubles contenidas en el yeso bruto se separan del yeso dihidratado modificado y están en un estado donde se mezclan en la suspensión. Las impurezas insolubles contenidas en el yeso bruto tienen 30  $\mu\text{m}$  o menos de tamaño de partícula promedio y son muy finas en muchos casos. Tienen, por lo tanto, baja velocidad de sedimentación en comparación con el yeso dihidratado modificado. Por consiguiente, el uso del método de elutriación posibilita separar dichas impurezas insolubles en una forma conveniente de la suspensión. Llevando a cabo de forma repetida el método de elutriación, se puede obtener el yeso dihidratado modificado de pureza todavía mayor. Existe un método que lleva a cabo la separación utilizando un ciclón hidráulico. De acuerdo con otro estudio adicional suplementario de los presentes inventores, este método no es adecuado como método para separar solo impurezas insolubles de una suspensión

de yeso en un estado donde se mezclan el yeso dihidratado modificado y las impurezas insolubles. De acuerdo con el método de elutriación, por otra parte, estas impurezas pueden separarse y eliminarse descargando el agua del sobrenadante haciendo uso de una diferencia en la velocidad de sedimentación de los cristales del yeso dihidratado modificado, como dichos cristales tienen un tamaño de partícula grande, tienen mayor velocidad de sedimentación  
5 que las impurezas insolubles. Como parte de los cristales del yeso dihidratado modificado, como dichos cristales tienen un tamaño de partícula promedio pequeño, también se separan en el lado de las impurezas, al mismo tiempo en este caso, el yeso dihidratado modificado obtenido de esta manera se puede proporcionar con un tamaño de partículas promedio todavía mayor. Es también posible diseñarlo de tal manera que el agua sobrenadante, que se ha separado y descargado, se devuelva y se reutilice como el agua de la etapa de hemihidratación y/o la etapa de  
10 recristalización (véase la Fig. 1). Cuando se diseña de esta manera, el tratamiento de modificación se lleva a cabo de nuevo de tal forma que el yeso dihidratado modificado de tamaño de partícula promedio pequeño se modifica para dar yeso dihidratado modificado que tiene un tamaño de partícula deseado adecuado como material para un producto de yeso. Además, los cristales del yeso dihidratado modificado, que quedan tras descargar el agua sobrenadante y tienen un tamaño de partícula promedio grande, pueden convertirse en un material de yeso  
15 compuesto por un yeso dihidratado modificado del tamaño de partícula deseado adecuado como material para el producto de yeso añadiendo agua de nuevo a los cristales para formar una suspensión, y a continuación procesar la suspensión mediante un método conocido tal como una centrifugadora o prensa de filtro para separar el agua. Además, las impurezas solubles pueden eliminarse lavando la suspensión con agua limpia antes o durante la deshidratación tras separar el agua como se ha descrito anteriormente (etapa de deshidratación y lavado).

De acuerdo con otro estudio adicional suplementario de los presentes inventores, los componentes de oscurecimiento confinados en el interior de los cristales pueden eliminarse calcinando el yeso natural, uno de los diversos yesos de subproducto, yesos residuales o similares en el yeso hemihidratado, y similares para la presente  
20 invención, poniendo el yeso hemihidratado en agua, y recristalizando el mismo. Descrito más específicamente, el yeso hemihidratado se conforma en una suspensión en presencia de un tensioactivo y/o agente desespumante añadido para facilitar la separación de los componentes de oscurecimiento, y tras la recristalización del yeso hemihidratado, los componentes de oscurecimiento adheridos sobre el yeso hemihidratado y los componentes de oscurecimiento confinados dentro de los cristales del yeso hemihidratado se separan. No se impone limitación  
25 concreta sobre la temperatura de la suspensión en este momento, en la medida que permita continuar la reacción de hidratación. Cuando el método de separación anteriormente descrito se lleva a cabo posteriormente, se pueden eliminar los componentes de oscurecimiento. Como tensioactivo y/o agente desespumante utilizados tras llevar a cabo la recristalización, se prefiere incorporar uno o más de dichos tensioactivos y/o agentes desespumantes como se ilustran anteriormente en un intervalo de entre 0,01 a 0,2% en peso en total. Cuando la separación se lleva a  
30 cabo como se ha descrito anteriormente, se puede obtener yeso blanco bueno, por ejemplo, con un brillo de 80 o superior tal como se mide mediante un colorímetro y se expresa en términos de brillo de Hunter. Cuando el yeso natural, uno de los diversos yesos de subproducto o yesos residuales se usa como materia prima, no se puede obtener fácilmente un producto de alto brillo mediante cualquier método convencional, y por tanto, sus aplicaciones están limitadas. Como el uso del método anteriormente descrito puede conseguir una ampliación de las aplicaciones, el método anteriormente descrito tiene también beneficios significativos desde los puntos de vista del reciclaje y la  
40 conservación ambiental.

(Sistema continuo)

De acuerdo con el proceso de modificación de la presente invención del yeso dihidratado, el yeso dihidratado es un  
45 yeso bruto tal como yeso natural o un yeso de subproducto que se convierte de forma segura en yeso hemihidratado en la etapa de hemihidratación, y en la posterior etapa de recristalización, el yeso hemihidratado se hidrata y recristaliza para dar yeso dihidratado modificado de tamaño de partícula promedio grande, y el yeso dihidratado modificado se recoge a continuación para proporcionarlo como material adecuado para los productos de yeso. Esta serie de etapas puede llevarse a cabo de manera continua. En las FIGS. 1 y 2 se muestra un esquema del sistema  
50 continuo ilustrativo. En el sistema ilustrativo, se utilizan dos tanques de reacción para la etapa de hemihidratación, y se emplean tres tanques de reacción para la etapa de recristalización. Utilizando estos tanques de reacción y siguiendo el mencionado procedimiento que se ilustra en la FIG. 1, el yeso bruto que se ha convertido de una vez en yeso hemihidratado se hidrata y recristaliza en su totalidad para dar yeso dihidratado modificado, el yeso dihidratado modificado se introduce en un tanque de separación y mediante el mencionado método de elutriación que se ha  
55 descrito anteriormente, se separa el yeso dihidratado de tamaño de partícula grande. Como se ilustra en la FIG. 1, el agua sobrenadante se hace circular y se utiliza, por ejemplo, como un agua formadora de suspensión para la disolución del yeso dihidratado como materia prima o como agua formadora de suspensión tras la recristalización del yeso hemihidratado calcinado seco. En una realización preferida de la presente invención, la temperatura de la suspensión se ajusta por encima de 80°C tras llevar a cabo la recristalización en la etapa de recristalización y, por tanto, se requiere una energía térmica sustancial. Se prefiere volver a recoger y usar agua caliente como se ha  
60 descrito anteriormente, ya que volver a recoger y usar dicha agua caliente contribuye al ahorro de energía en dicho sistema como un todo. Además, el modificador de hábitos cristalinos necesario para la transformación en yeso  $\alpha$ -hemihidratado, el ácido carboxílico o su sal necesaria tras la recristalización y similares están contenidas en el agua sobrenadante. Si el agua sobrenadante se vuelve a recoger y utilizar como agua formadora de suspensión, es  
65 posible reducir las cantidades de estos agentes a utilizar. Por consiguiente, volver a recoger y utilizar dicha agua sobrenadante puede reducir el coste de funcionamiento y es económico. Si dicha agua sobrenadante se utiliza de

forma repetida como se ha descrito anteriormente, es también posible evitar la contaminación del agua que se podría producir de otra forma por el agua vertida. Dicho uso repetido del agua sobrenadante es, por lo tanto, también beneficioso desde un punto de vista de la protección ambiental. Cuando se usa agua sobrenadante, es posible que se desee diseñarlo de tal manera que las concentraciones de dichos agentes que se han mencionado antes en el agua sobrenadante se analicen por métodos predeterminados y que se añadan según sea necesario. Es también posible diseñarlo de tal manera que el sobrenadante vuelto a recoger se haga fluir a través de un tanque de sedimentación, espesador, una máquina de filtración y similares para separar las impurezas insolubles (véase la FIG. 1).

#### 10 (Características del yeso dihidratado modificado)

El proceso de modificación de la presente invención para el yeso dihidratado es particularmente útil, de forma especial como proceso para convertir fácilmente el yeso bruto en yeso dihidratado cristalizado y modificado que tiene un tamaño de partícula promedio de  $64\ \mu\text{m}$  o superior y una densidad no compactada de 0,8 o superior. De acuerdo con el proceso de modificación de la presente invención del yeso dihidratado, el yeso dihidratado modificado en la forma de cristales, que tiene una relación de aspecto de 5 o más pequeña y un tamaño de partículas uniforme, como se muestra en la FIG. 5, puede obtenerse con facilidad. De acuerdo con otro estudio adicional suplementario de los presentes inventores, cuando no se realiza control o no se lleva a cabo bien la recristalización del yeso hemihidratado, el yeso dihidratado modificado disponible de la recristalización tiene una relación de aspecto superior a 5 y se forman cristales extremadamente aciculares. Cuando se conforma en cristales aciculares, el material de yeso se proporciona con una densidad aparente reducida. Cuando un producto de yeso calcinado se fabrica calcinando dicho material de yeso, surgen inconvenientes tales como un aumento en la cantidad de agua que se va a mezclar y, por tanto, no se considera que dicho material de yeso sea un material de yeso bueno. La expresión "relación de aspecto del yeso dihidratado modificado" como se usa en el presente documento significa un valor obtenido dividiendo el eje mayor de un cristal por su eje menor. Si el tamaño de partícula promedio es de  $60\ \mu\text{m}$  o superior al del yeso dihidratado modificado de acuerdo con la presente invención, los cristales pueden observarse fácilmente con un microscopio óptico con un aumento de aproximadamente  $\times 100$  (véase la FIG. 5). En el proceso de modificación de la presente invención del yeso dihidratado, la densidad no compactada del yeso dihidratado modificado puede ser preferentemente de 0,8 o superior, más preferentemente de 0,9 o superior. La densidad no compactada se asocia también con la relación de aspecto. Existen aplicaciones donde se requieren densidades aparentes no compactadas altas. El proceso de modificación de la presente invención para el yeso dihidratado es especialmente útil como proceso para convertir el yeso dihidratado en yeso dihidratado cristalizado y modificado que tiene un tamaño de partícula promedio de  $64\ \mu\text{m}$  o superior y una densidad no compactada de 0,9 o superior. Cuando el valor de la densidad no compactada del yeso dihidratado modificado es grande, el yeso dihidratado puede reducirse en volumen, y por tanto, tiene un mérito industrial cuando se transporta o almacena. Debe indicarse que la expresión "densidad no compactada de los cristales de yeso dihidratado" significa el peso cuando el yeso dihidratado se carga en forma seca en un contenedor de un volumen especificado sin golpear, y puede denominarse también "densidad aparente no compactada", "densidad específica aparente no compactada" o "masa de volumen unitario no compactada (peso)". Se indica también que, dependiendo de la aplicación, el yeso dihidratado modificado obtenido mediante la presente invención puede recristalizarse en la etapa de recristalización sin deshidratación y lavado, y después de la recristalización, la suspensión descargada del tanque de reacción de recristalización puede proporcionarse como un producto de yeso.

#### 45 Ejemplos

La presente invención se describirá a partir de ahora en el presente documento de forma más específica basándose en los ejemplos, aunque la presente invención no debe limitarse a estos ejemplos. Debe indicarse que las designaciones de "partes" o "%" en la siguiente descripción están en una base de peso salvo que se indique de forma específica otra cosa. Se midió el tamaño de partículas de cada yeso mediante un "ANALIZADOR DEL TAMAÑO DE PARTÍCULAS MICROTRACK MK-II". Para la relación de aspecto de los cristales, los cristales se fotografiaron con un microscopio óptico con un aumento de  $\times 100$ , los ejes menores y los ejes mayores de los cristales principales se midieron, y se determinó una relación de aspecto promedio. Para la pureza del yeso, se secó una muestra a  $40^\circ\text{C}$ , se midió el agua combinada mediante un medidor electrónico de la humedad, y basado en el valor teórico, se calculó su porcentaje para determinar la pureza. Para ensayar el grado de progreso de la recristalización, se secó una muestra a  $40^\circ\text{C}$  y a continuación se sometió a difracción de rayos X, y a partir de la intensidad de un pico de yeso dihidratado, y la de un pico de yeso hemihidratado, se determinó el grado de progreso de la recristalización. Se midió el brillo de cada yeso mediante un colorímetro, y se indicó el resultado en términos de brillo de Hunter.

#### 60 Ejemplo 1

Se proporcionó yeso natural como materia prima a modificar, que se había molido hasta un tamaño de partículas promedio de  $28\ \mu\text{m}$  y tenía un brillo de 71 y una pureza de 95,5%. La materia prima se sometió en primer lugar a calcinación seca durante 2 horas o similar en un secador controlado a  $150^\circ\text{C}$ , por lo cual, la materia prima se convirtió en yeso  $\beta$ -hemihidratado que contenía 5,2% de agua combinada. El yeso hemihidratado (800 g) obtenido como se ha descrito anteriormente y una solución al 0,5% (1.800 g) de gluconato de sodio, habiéndose calentado

dicha solución a 80,3°C, se combinaron a continuación y se agitaron en un tanque de reacción de 3 l equipado con un agitador y un calentador de tal manera que se formó una suspensión uniforme. Se añadió además un suministro nuevo (20 g) del yeso natural, que era igual a la materia prima a modificar y que se había molido hasta un tamaño de partículas promedio de 28 µm. Mientras se mantenía la suspensión a 80,3°C, se continuó la agitación durante 24 horas en condiciones similares a las descritas anteriormente. Como resultado, se confirmó que el yeso de la suspensión se había recristalizado en su totalidad para dar yeso dihidratado. Posteriormente, un suministro reciente (160 g/h) del mismo yeso hemihidratado, un suministro reciente (360 g/h) de la misma solución acuosa al 0,5% de gluconato de sodio, habiéndose calentado dicha solución a 80,3°C, y un suministro reciente (4 g/h) del mismo yeso natural que la materia prima que se va a modificar, habiéndose molido dicho yeso natural hasta el tamaño de partículas promedio de 28 µm, se añadieron de forma continua durante 24 horas para llevar a cabo el tratamiento de recristalización. La suspensión en el tanque de reacción se descargó de tal manera que el tiempo de residencia del yeso era de aproximadamente 5,9 horas [el porcentaje de la cantidad descargada por hora basado en la cantidad total de suspensión en el tanque (denominado a partir de ahora en el presente documento "la velocidad de descarga"): 16,9%] como se determinó mediante cálculo. A partir de la suspensión descargada de esta manera, la materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación, y la materia sólida separada se secó a 40°C.

El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad, y de agua combinada, se confirmó también que su pureza era del 97,5% y que había aumentado de forma extrema. El brillo era de 71. Se midió también su tamaño de partículas promedio. Como resultado, se encontró que el producto se había modificado hasta un tamaño de partícula grande de 86 µm con respecto al de 28 µm antes del tratamiento. Asimismo, la densidad específica aparente no compactada era de 0,9.

## 25 Ejemplo 2

La materia prima proporcionada a modificar era yeso de desulfuración de gases de escape, que tenía un tamaño de partícula promedio de 32 µm y una pureza del 98,5%. La materia prima se sometió en primer lugar a calcinación seca durante 2 horas o similar en un secador controlado a 150°C, por lo cual, la materia prima se convirtió en yeso β-hemihidratado que contenía 6,3% de agua combinada. El yeso hemihidratado resultante (800 g) y una solución al 0,5% (2.000 g) de ácido maleico, habiéndose calentado dicha solución a 83,0°C, se mezclaron a continuación en un tanque de reacción de 3 l equipado con un agitador y un calentador de tal manera que se formó una suspensión uniforme. Se añadió adicionalmente un suministro reciente (10 g) del yeso de desulfuración de gases de escape, que era igual que la materia prima que se iba a modificar y tenía un tamaño de partículas promedio de 32 µm. Mientras se mantenía la suspensión a 83,0°C, se continuó la agitación durante 24 horas en condiciones similares a las descritas anteriormente. Como resultado, se confirmó que el yeso de la suspensión se había recristalizado en su totalidad para dar yeso dihidratado. Posteriormente, un suministro reciente (160 g/h) del mismo yeso hemihidratado, un suministro reciente (400 g/h) de la misma solución acuosa de ácido maleico al 0,5%, habiéndose calentado dicha solución a 83,0°C, y un suministro reciente (2 g/h) del mismo yeso de desulfuración de gases de escape que la materia prima que se va a modificar, habiéndose molido dicho yeso de desulfuración de gases de escape hasta el tamaño de partículas promedio de 32 µm, se añadieron de forma continua durante 24 horas para llevar a cabo el tratamiento de recristalización. La suspensión en el tanque de reacción se descargó de tal manera que el tiempo de residencia del yeso era de aproximadamente 5,4 horas (la velocidad de descarga por hora: 18,5%) como se determinó mediante cálculo. A partir de la suspensión descargada de esta manera, la materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación, y la materia sólida separada se secó a 40°C.

El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad, y de agua combinada, se confirmó también que su pureza había aumentado al 99,0%. Se midió también su tamaño de partículas promedio. Como resultado, se encontró que el producto se había modificado hasta un tamaño de partícula extremadamente grande de 133 µm con respecto al de 32 µm antes del tratamiento. Asimismo, la densidad específica aparente no compactada era de 1,1 y por tanto, el producto era denso.

## 55 Ejemplo 3

Se proporcionó fosfoyeso como materia prima a modificar, que tenía un tamaño de partícula promedio de 37 µm y una pureza del 98,6%. La materia prima se sometió en primer lugar a calcinación seca durante 2 horas o similar en un secador controlado a 150°C, por lo cual, la materia prima se convirtió en yeso β-hemihidratado que contenía 6,1% de agua combinada. El yeso hemihidratado resultante (800 g) y una solución al 0,5% (2.000 g) de ácido succínico, habiéndose calentado dicha solución a 84,8°C, se mezclaron en un tanque de reacción de 3 l equipado con un agitador y un calentador de tal manera que se formó una suspensión uniforme. Se añadió adicionalmente un suministro reciente (20 g) del fosfoyeso, que tenía un tamaño de partículas promedio de 37 µm y era igual que la materia prima que se iba a modificar. Mientras se mantenía la suspensión a 84,8°C, se continuó la agitación durante 24 horas en condiciones similares a las descritas anteriormente. Como resultado, se confirmó que el yeso de la suspensión se había recristalizado en su totalidad para dar yeso dihidratado. Posteriormente, un suministro reciente

(160 g/h) del mismo yeso hemihidratado, un suministro reciente (400 g/h) de la misma solución acuosa al 0,5% de ácido succínico, habiéndose calentado dicha solución a 84,8°C, y un suministro reciente (4 g/h) del mismo fosfoyeso que la materia prima que se va a modificar, teniendo dicho fosfoyeso un tamaño de partículas promedio de 37 µm, se añadieron de forma continua durante 24 horas para llevar a cabo el tratamiento de recristalización. La suspensión

5 en el tanque de reacción se descargó de tal manera que el tiempo de residencia del yeso era de aproximadamente 5,4 horas (la velocidad de descarga por hora: 18,5%) como se determinó mediante cálculo. A partir de la suspensión descargada de esta manera, la materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación, y la materia sólida separada se secó a 40°C.

10 El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad, y de agua combinada, se confirmó también que su pureza había aumentado al 98,8%. Se midió también su tamaño de partículas promedio. Como resultado, se encontró que el producto se había modificado hasta un tamaño de partícula grande de 109 µm con respecto al de 37 µm antes del tratamiento. Asimismo, se determinó también la densidad específica aparente no compactada. Como

15 resultado, se encontró que era de 1,0.

#### Ejemplo 4

20 Se proporcionó yeso de neutralización como materia prima que se va a modificar, que tenía un tamaño de partícula promedio de 22 µm, un brillo de 72 y una pureza del 99,1% y se llevó a cabo un tratamiento continuo como se describirá a continuación. En la FIG. 3 se muestra una micrografía óptica del yeso de neutralización proporcionado como la materia prima en este ejemplo. No se observaron cristales grandes. La materia prima se introdujo en primer lugar y se mezcló en una solución al 0,5% de succinato de sodio para preparar una suspensión que contenía la materia prima al 35%. La suspensión se sometió a continuación a alimentación a velocidad constante y descarga a

25 velocidad constante a y desde un autoclave, que se controló a 130°C bajo presión, durante 24 horas de tal manera que su tiempo de residencia se convirtió en 2 horas. Después del tratamiento, la materia prima descargada del autoclave se analizó. se confirmó que la materia sólida era yeso α-hemihidratado que contenía 6,1% de agua combinada y también que dicho yeso hemihidratado se obtenía de forma continua. En la FIG. 4 se muestra una micrografía óptica del yeso α-hemihidratado obtenido como se ha descrito anteriormente. El pH de la suspensión era

30 7,2

La suspensión de yeso α-hemihidratado obtenido de forma continua en la etapa anteriormente descrita se alimentó a continuación de forma continua a una velocidad constante a un tanque de reacción equipado con un calentador y un agitador y controlado a 85,2°C y, adicionalmente, se añadió de forma continua un suministro reciente del yeso de neutralización de tal manera que el yeso de neutralización sería el 0,6% basado en el yeso hemihidratado que se va a alimentar. Llevando a cabo a la vez la agitación de tal manera que la suspensión llegó a ser uniforme, el tratamiento de recristalización se llevó a cabo realizando un control de tal manera que el tiempo de residencia de la suspensión del yeso hemihidrato alimentado llegó a ser de 5,5 horas (velocidad de descarga por hora: 18,2%). Tras reanudar la alimentación a velocidad constante durante 24 horas como se ha descrito anteriormente, la materia

40 sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación de la suspensión descargada del tanque de reacción.

Se secó la materia sólida a 40°C. El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad, y de agua combinada, se confirmó también que su pureza había aumentado al 99,2%. Como resultado de una observación del producto seco con un microscopio óptico, se encontró que el producto seco cristalizaba con tamaño de partículas uniforme y grande como se muestra en la FIG. 5. Se midió también su tamaño de partículas promedio. Como resultado, se encontró que el producto se había modificado hasta un tamaño de partícula extremadamente grande de 138 µm con respecto al de 22 µm antes del tratamiento. Asimismo, se determinó también la densidad específica aparente no compactada. Como resultado, se encontró que la densidad específica aparente no compactada era de 1,2 y por tanto, el producto era denso. Además, la relación de aspecto era de aproximadamente 2 y el brillo de Hunter era de 73.

45

#### Ejemplo 5

55 Se proporcionó yeso de neutralización como materia prima que se iba a analizar teniendo un tamaño de partículas promedio de 23 µm, y de una manera similar como en el Ejemplo 4, se obtuvo yeso α-hemihidratado. El yeso α-hemihidratado se alimentó de forma continua a una velocidad constante a un tanque de reacción equipado con un calentador y un agitador y controlado a 85,4°C y, adicionalmente, se añadió de forma continua un suministro reciente del mismo yeso de neutralización de tal manera que el yeso de neutralización sería una cantidad del 0,6% basado en el yeso hemihidratado que se va a alimentar. Llevando a cabo a la vez la agitación de tal manera que la suspensión llegó a ser uniforme, el tratamiento de recristalización se llevó a cabo realizando un control de tal manera que el tiempo de residencia de la suspensión del yeso hemihidrato alimentado llegó a ser de 8,0 horas (velocidad de descarga por hora: 12,5%). Tras reanudar la alimentación a velocidad constante durante 24 horas como se ha descrito anteriormente, la materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación de la suspensión descargada del tanque de reacción.

60

65

Se secó la materia sólida a 40°C. El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad, y de agua combinada, se confirmó también que su pureza era del 99,6%. Se midió también su tamaño de partículas promedio. Como resultado, se encontró que el producto se había modificado hasta un tamaño de partícula extremadamente grande de 142 µm con respecto al de 23 µm antes del tratamiento. Asimismo, se determinó también la densidad específica aparente no compactada. Como resultado, se encontró que la densidad específica aparente no compactada era de 1,0 y por tanto, el producto era denso.

#### Ejemplo 6

Se proporcionó como materia prima a modificar un yeso subproducto de polialuminio-cloro que tiene una pureza del 97,2% y un tamaño de partículas promedio de 25 µm. A la materia prima se añadió en primer lugar una solución de succinato de sodio y un tensioactivo de policarboxilato de tipo polialquilenglicol disuelto al 0,2% al 0,1%, respectivamente, seguido de mezclado para preparar una suspensión al 35%. Una solución al 0,4% de hidróxido de calcio se añadió a continuación para ajustar el pH de la suspensión a 9,5. La suspensión se sometió a continuación a alimentación a velocidad constante y descarga a velocidad constante a y desde un autoclave, que se controló a 130°C, de tal manera que su tiempo de residencia era de 2 horas. Después del tratamiento, el yeso descargado del autoclave se analizó. se confirmó que el yeso era un yeso α-hemihidratado que contenía 6,2% de agua combinada y también que dicho yeso hemihidratado se obtenía de forma continua.

La suspensión de yeso α-hemihidratado obtenido de forma continua a pH 6,9 en la etapa anteriormente descrita se alimentó a continuación de forma continua a velocidad constante a un tanque de reacción equipado con un calentador y un agitador y controlado a 85,1°C y, adicionalmente, un suministro reciente del mismo yeso de subproducto de policloruro de aluminio que la materia prima que se iba a modificar se alimentó de forma continua a una velocidad constante de tal manera que el yeso de subproducto del policloruro de aluminio sería una cantidad del 0,6% en términos del porcentaje en peso de yeso. Llevando a cabo a la vez la agitación de tal manera que la suspensión llegó a ser uniforme, el tratamiento de recristalización se llevó a cabo realizando un control de tal manera que el tiempo de residencia de la suspensión llegó a ser de 6 horas. Tras reanudar la alimentación a velocidad constante durante 24 horas como se ha descrito anteriormente, la materia sólida se separó mediante el método de elutriación de la suspensión descargada del tanque de reacción.

Se secó la materia sólida a 40°C. El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad, y de agua combinada, se confirmó también que su pureza aumentó de forma extrema al 99,1%. Se midió también su tamaño de partículas promedio. Como resultado, se encontró que el producto se había modificado hasta un tamaño de partícula extremadamente grande de 132 µm con respecto al de 25 µm antes del tratamiento. Asimismo, se determinó también la densidad específica aparente no compactada. Como resultado, se encontró que la densidad específica aparente no compactada era de 1,2. la relación de aspecto era aproximadamente 3.

#### Ejemplo 7

La modificación del yeso de neutralización que tiene un tamaño de partículas promedio de 22 µm se llevó a cabo exactamente de la misma manera y bajo exactamente las mismas condiciones que en el Ejemplo 4 excepto que se añadió un tensioactivo basado en naftalenosulfonato a una concentración del 0,1% de la suspensión antes de la calcinación. De manera similar al Ejemplo 4, después que se reanudara la alimentación a velocidad constante durante 24 horas, la materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación de la suspensión descargada del tanque de reacción.

Se secó la materia sólida a 40°C. El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad, y de agua combinada, se confirmó también que su pureza había aumentado al 99,2%. Se midió también su tamaño de partículas promedio. Como resultado, se encontró que el producto se había modificado hasta un tamaño de partícula extremadamente grande de 136 µm con respecto al de 22 µm antes del tratamiento. Asimismo, se determinó también la densidad específica aparente no compactada. Como resultado, se encontró que la densidad específica aparente no compactada era de 1,2. La relación de aspecto era aproximadamente de 2, y el brillo de Hunter era de 90. El producto era un material especialmente adecuado como yeso blanco.

#### Ejemplo 8

Se llevó a cabo la modificación del yeso de neutralización que tiene un tamaño de partículas promedio de 22 µm exactamente de la misma manera y bajo exactamente las mismas condiciones que en el Ejemplo 4 excepto que se añadió un agente desespumante basado en un poliéter comercial a una concentración del 0,1% de la suspensión antes de la calcinación. De manera similar al Ejemplo 4, después que se reanudara la alimentación a velocidad constante durante 24 horas, la materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación de la suspensión descargada del tanque de reacción.

Se secó la materia sólida a 40°C. El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad, y de agua combinada, se confirmó también que su pureza había aumentado al 99,3%. Se midió también su tamaño de partículas promedio. Como resultado, se encontró que el producto se había modificado hasta un tamaño de partícula extremadamente grande de 137 µm con respecto al de 22 µm antes del tratamiento. Asimismo, se determinó también la densidad específica aparente no compactada. Como resultado, se encontró que la densidad específica aparente no compactada era de 1,2. La relación de aspecto era aproximadamente de 2, y el brillo de Hunter era de 91. El producto era un material especialmente adecuado como yeso blanco.

#### 10 **Ejemplo 9**

La modificación del yeso de neutralización que tiene un tamaño de partículas promedio de 22 µm se llevó a cabo exactamente de la misma manera y bajo exactamente las mismas condiciones que en el Ejemplo 4 excepto que la cantidad de yeso de neutralización, que era igual que la materia prima a modificar y que se añade como cristales de siembra tras el tratamiento de recristalización, se cambió al 2%. De manera similar al Ejemplo 4, después que se reanudara la alimentación a velocidad constante durante 24 horas, la materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación de la suspensión descargada del tanque de reacción. Se secó la materia sólida separada a 40°C. El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad, y de agua combinada, se confirmó también que su pureza había aumentado al 99,2%. Se midió también su tamaño de partículas promedio. Como resultado, se descubrió que el producto se había modificado hasta un tamaño de partícula grande de 87 µm con respecto al de 22 µm antes del tratamiento, aunque el tamaño de partículas era más pequeño en comparación con los de otros ejemplos. Asimismo, la densidad específica aparente no compactada era de 1,1 y la relación de aspecto era de aproximadamente 2.

#### 25 **Ejemplo 10**

La modificación del yeso de neutralización que tiene un tamaño de partículas promedio de 22 µm se llevó a cabo exactamente de la misma manera y bajo exactamente las mismas condiciones que en el Ejemplo 4 excepto que la cantidad de yeso de neutralización, que era igual que la materia prima a modificar y que se añade como cristales de siembra tras el tratamiento de recristalización, se cambió al 4,8%. De manera similar al Ejemplo 4, después que se reanudara la alimentación a velocidad constante durante 24 horas, la materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación de la suspensión descargada del tanque de reacción. Se secó la materia sólida separada a 40°C. El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad, y de agua combinada, se confirmó también que su pureza era del 99,1%. Se midió también su tamaño de partículas promedio. Como resultado, se descubrió que el tamaño de partículas promedio era de 64 µm con respecto al de 22 µm antes del tratamiento y que el producto se había modificado a uno que tenía el tamaño de partículas grande aunque el tamaño de partículas era más pequeño en comparación con los de otros ejemplos. La densidad específica aparente no compactada era de 1,0 y la relación de aspecto era de aproximadamente 2.

#### **Ejemplo 11**

Se llevó a cabo la modificación del yeso de neutralización que tiene un tamaño de partículas promedio de 22 µm exactamente de la misma manera y bajo exactamente las mismas condiciones que en el Ejemplo 4 excepto que la concentración de la solución de succinato de sodio añadido tras la preparación de la suspensión al 35% de la materia prima se cambió al 0,1%. La materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación, y la materia sólida separada se secó a 40°C. El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad, y de agua combinada, se confirmó también que su pureza había aumentado al 99,2%. Se midió también su tamaño de partículas promedio. Como resultado, se descubrió que el tamaño de partículas promedio era de 101 µm con respecto al de 22 µm antes del tratamiento y que el producto se había modificado a uno mayor. Sin embargo, la densidad específica aparente no compactada era tan ligera como de 0,7, mientras que la relación de aspecto era tan grande como de aproximadamente 7. La calidad del producto como material de yeso era, por lo tanto, inferior a la obtenida en otros ejemplos.

#### **Ejemplo de referencia 1**

La modificación del yeso de neutralización que tiene un tamaño de partículas promedio de 22 µm se llevó a cabo exactamente de la misma manera y bajo exactamente las mismas condiciones que en el Ejemplo 4 excepto que la cantidad de yeso de neutralización a añadir tras el tratamiento de recristalización se cambió al 10%. De manera similar al Ejemplo 4, después que se reanudara la alimentación a velocidad constante durante 24 horas, la materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación de la suspensión descargada del tanque de reacción. Se secó la materia sólida separada a 40°C. El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad. Su tamaño de partículas promedio era de 43 µm de tal manera que el yeso bruto no se había

modificado para dar uno grande como se desea en la presente invención. Además, la densidad específica aparente no compactada era de 1,0 y la relación de aspecto era de aproximadamente 2.

#### **Ejemplo de referencia 2**

5 La modificación del yeso de neutralización que tiene un tamaño de partículas promedio de 22  $\mu\text{m}$  se llevó a cabo exactamente de la misma manera y bajo exactamente las mismas condiciones que en el Ejemplo 7 excepto que la temperatura de la suspensión en el tanque de reacción de recristalización se mantuvo a 60,3°C. De manera similar al Ejemplo 4, después que se reanudara la alimentación a velocidad constante durante 24 horas, la materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación de la suspensión descargada del tanque de reacción. Se secó la materia sólida separada a 40°C. El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad. Con respecto al agua combinada, se confirmó también que su pureza era del 99,1%. Se midió también su tamaño de partículas promedio. Como resultado, se encontró que el tamaño de partículas promedio era de 50  $\mu\text{m}$  con respecto al de 22  $\mu\text{m}$  antes del tratamiento y que era pequeño en comparación con los de los ejemplos. Se midió también la densidad específica aparente no compactada. Como resultado, se descubrió que la densidad específica aparente no compactada era tan ligera como de 0,7. El brillo de Hunter era 87 y el producto era un material especialmente adecuado como yeso blanco.

#### **Ejemplo de referencia 3**

20 La modificación del fosfoyeso que tiene un tamaño de partículas promedio de 37  $\mu\text{m}$  se llevó a cabo exactamente de la misma manera y bajo exactamente las mismas condiciones que en el Ejemplo 3, excepto que la temperatura de la suspensión en el tanque de reacción de recristalización se mantuvo a 92,0°C. La materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación, y la materia sólida separada se secó a 40°C. El agua combinada en el producto seco supuso un 11,0%. Cuando se analizó mediante difracción de rayos X, el pico del yeso hemihidratado permanecía significativamente. Se confirmó, por lo tanto, que la recristalización no se había completado.

#### **Ejemplo de referencia 4**

30 La modificación del fosfoyeso que tiene un tamaño de partículas promedio de 37  $\mu\text{m}$  se llevó a cabo exactamente de la misma manera y bajo exactamente las mismas condiciones que en el Ejemplo 3, excepto que la temperatura de la suspensión en el tanque de reacción de recristalización se mantuvo a 60,3°C. La materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación, y la materia sólida separada se secó a 40°C. El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad. Su tamaño de partículas promedio era de 51  $\mu\text{m}$ , y era pequeño en comparación con los tamaños de partículas promedio de los ejemplos. Su densidad específica aparente no compactada era de 0,7 y era ligera.

#### **Ejemplo de referencia 5**

40 La modificación del fosfoyeso que tiene un tamaño de partículas promedio de 37  $\mu\text{m}$  se llevó a cabo exactamente de la misma manera y bajo exactamente las mismas condiciones que en el Ejemplo 3, excepto que la temperatura de la suspensión en el tanque de reacción de recristalización se mantuvo a 70,1°C. La materia sólida sedimentación se separó mediante el método de elutriación, y a continuación se secó a 40°C. El producto seco resultante se analizó mediante difracción de rayos X. Como resultado, se confirmó que el producto seco estaba compuesto de yeso dihidratado en su totalidad. Su tamaño de partículas promedio era de 58  $\mu\text{m}$ , y era pequeño en comparación con los tamaños de partículas promedio de los ejemplos. Asimismo, su densidad específica aparente no compactada era de 0,9.

#### **Ejemplo comparativo**

55 Se llevó a cabo la modificación del yeso de neutralización que tiene un tamaño de partículas promedio de 22  $\mu\text{m}$  exactamente de la misma manera y bajo exactamente las mismas condiciones que en el Ejemplo 4 excepto que el tratamiento de recristalización se llevó a cabo realizando un control de tal manera que el tiempo de residencia de la suspensión de yeso hemihidratada suministrada era de 3,5 horas (velocidad de descarga por hora: 28,6%). De manera similar al Ejemplo 4, después que se reanudara la alimentación a velocidad constante durante 24 horas, la materia sólida de alta velocidad de sedimentación se separó mediante el método de elutriación de la suspensión descargada del tanque de reacción. Se secó la materia sólida separada a 40°C. Cuando se analizó mediante difracción de rayos X, se confirmó que el yeso dihidratado y el yeso hemihidratado existían a la vez y que la recristalización no se había completado.

65 Las condiciones de tratamiento empleadas en estos ejemplos, ejemplos de referencia y ejemplo comparativo se muestran en la Tabla 1, y las características de las muestras de yeso resultantes se resumen en la Tabla 2.

Tabla 1 Condiciones de producción primaria

	Materia prima		Etapa de calcinación		Modificador del hábito, etc.	Tamaño de partículas de siembra (µm)	Etapa de recristalización		
	Tamaño de partículas (µm)	Brillo	Método	Tipo de yeso hemihidratado tras la calcinación			Temperatura de recristalización (°C)	Tiempo de residencia (h)	Velocidad de descarga por hora (%)
Ej. 1	28	71	Seco	agua combinada al 5,2%, tipo β	gluconato Na	28	80,3	5,9	16,9
Ej. 2	32		Seco	agua combinada al 6,3%, tipo β	ácido maleico	32	83,0	5,4	18,5
Ej. 3	37		Seco	agua combinada al 6,1%, tipo β	ácido succínico	37	84,8	5,4	18,5
Ej. 4	22	72	Húmedo	agua combinada al 6,1%, tipo α	succinato Na	22	85,2	5,5	18,2
Ej. 5	23		Húmedo	agua combinada al 6,1%, tipo α	succinato Na	23	85,4	8,0	12,5
Ej. 6	25		Húmedo	agua combinada al 6,2%, tipo α	succinato Na + activador	25	85,1	6,0	16,7
Ej. 7	Condiciones del Ej. 4 + adición de 0,1% de un tensioactivo de tipo naftaleno-sulfonato								
Ej. 8	Condiciones del Ej. 4 + adición de un 0,1% de un agente desespumante basado en poliéter a la suspensión antes de las calcinaciones								
Ej. 9	Similar a las condiciones del Ej. 4 excepto por el cambio de la cantidad añadida de cristales de siembra de 0,6% a 2%								
Ej. 10	Similar a las condiciones del Ej. 4 excepto por el cambio de la cantidad añadida de cristales de siembra de 0,6% a 4,8%								
Ej. 11	Similar a las condiciones del Ej. 4 excepto por el cambio de la concentración de succinato de Na de 0,5% a 0,1%								
Ej. de ref. 1	Similar a las condiciones del Ej. 4 excepto por el cambio de la cantidad añadida de cristales de siembra de 0,6% a 10%								
Ej. de ref. 2	Similar a las condiciones del Ej. 7 excepto por el cambio de la temperatura de suspensión en el tanque de reacción de recristalización de 85,2°C a 60,3°C								
Ej. de ref. 3	Similar a las condiciones del Ej. 3 excepto por el cambio de la temperatura de suspensión en el tanque de reacción de recristalización de 84,8°C a 92,0°C								
Ej. de ref. 4	Similar a las condiciones del Ej. 3 excepto por el cambio de la temperatura de suspensión en el tanque de reacción de recristalización de 84,8°C a 60,3°C								
Ej. de ref. 5	Similar a las condiciones del Ej. 3 excepto por el cambio de la temperatura de suspensión en el tanque de reacción de recristalización de 84,8°C a 70,1 °C								
Comp. Ej.	Similar a las condiciones del Ej. 4 excepto por el cambio del tiempo de residencia a 3,5 h (tasa de extracción por hora: 28,6%)								

Tabla 2 Resultados de evaluación (Características del yeso dihidratado modificado)

	Tamaño de partículas promedio ( $\mu\text{m}$ )	Densidad específica aparente	Brillo	pureza (%)
Ej. 1	86	0,9	71	97,5
Ej. 2	133	1,1		99,0
Ej. 3	109	1,0		98,8
Ej. 4	138	1,2	73	99,2
Ej. 5	142	1,0		99,6
Ej. 6	132	1,2		99,1
Ej. 7	136	1,2	90	99,2
Ej. 8	137	1,2	91	99,3
Ej. 9	87	1,1		99,2
Ej. 10	64	1,0		99,1
Ej. 11	101	0,7		99,2
Ej. de ref. 1	43	1,0		
Ej. de ref. 2	50	0,7	87	99,1
Ej. de ref. 3	Recristalización incompleta			
Ej. de ref. 4	51	0,7		
Ej. de ref. 5	58	0,9		
Comp. Ej.	Recristalización incompleta			

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para modificar continuamente yeso dihidratado, incluyendo dicho proceso:
  - 5 (a) una etapa de hemihidratación para someter el yeso dihidratado como materia prima de partida a calcinación húmeda o calcinación seca a una temperatura de calcinación comprendida de 100°C a 250°C para convertir el yeso dihidratado en yeso hemihidratado,
  - (b) una etapa de carga para alimentar el yeso hemihidratado a una suspensión acuosa en un tanque de reacción de recristalización,
  - 10 (c) una etapa de recristalización para hidratar y recristalizar el yeso hemihidratado a yeso dihidratado modificado de una forma cristalina diferente a la del yeso dihidratado como materia prima, y
  - (d) una etapa de descarga para descargar una parte del yeso dihidratado modificado del tanque de reacción de recristalización, donde:
    - 15 al menos las etapas (b) a (d) se llevan a cabo de forma continua o intermitente, una velocidad de alimentación del yeso hemihidratado en la etapa de carga (b) y una velocidad de descarga del yeso dihidratado modificado en la etapa de descarga (d) son prácticamente iguales entre sí y cada uno de ellos no supera el 20% de la cantidad total de yeso en el tanque de reacción de recristalización por hora, y
    - 20 en la etapa de recristalización (c), la suspensión acuosa en el tanque de reacción de recristalización se mantiene a una temperatura constante no superior a 90°C con agitación de tal manera que la suspensión acuosa se vuelve uniforme para evitar la separación sólido-líquido, y la concentración de sólido en la suspensión es del 10 al 50% en peso.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde la temperatura de la suspensión acuosa en el tanque de reacción de recristalización en la etapa de recristalización (c) es mayor de 80°C pero no mayor de 90°C.
3. El proceso según la reivindicación 1 o 2, donde al tanque de la reacción de recristalización, en la etapa de recristalización (c), se añade de forma continua o intermitente yeso dihidratado como cristales de siembra en un intervalo de 0,01% en peso a no más de 5% en peso basado en el yeso hemihidratado que se va a alimentar al tanque de reacción de recristalización.
4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 3, donde el yeso dihidratado que se va a añadir como los cristales siembra tiene un tamaño de partículas promedio de 40 µm o menor.
- 35 5. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde al menos una de la suspensión acuosa en la etapa de hemihidratación (a) cuando se lleva a cabo la etapa de calcinación o la suspensión acuosa en la etapa de recristalización (c), un tensioactivo y/o un agente desespumante se añade en un intervalo de 0,01 a 0,2% en peso basado en el yeso dihidratado como la materia prima.
- 40 6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5, donde el tensioactivo comprende al menos un tensioactivo seleccionado entre el grupo que consiste en tensioactivos basados en alquilbenceno-sulfonato, tensioactivos basados en alquilsulfato, tensioactivos basados en alquiersulfato, tensioactivos basados en ligninsulfonato, tensioactivos basados en naftaleno sulfonato, tensioactivos basados en bisfenol, y tensioactivos basados en policarboxilato.
- 45 7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5, donde el agente desespumante comprende al menos un agente desespumante seleccionado entre el grupo que consiste en agentes desespumantes basados en poliéter, agentes desespumantes basados en ésteres de ácidos grasos, agentes desespumantes basados en aceites minerales, agentes desespumantes basados en silicona y agentes desespumantes basados en emulsiones.
- 50 8. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, comprendiendo además, una vez que la suspensión acuosa de yeso dihidratado se descarga del tanque de reacción de recristalización, durante la etapa de recristalización (c), (e) una etapa de separación para separar el yeso dihidratado recristalizado.
- 55 9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 8, donde la etapa de separación (e) comprende, como etapa para separar el yeso dihidratado recristalizado una vez que el yeso dihidratado recristalizado se ha descargado del tanque de reacción de recristalización, una etapa de agitar el yeso dihidratado en agua, dejando que la suspensión resultante repose y separando los cristales grandes que tienen un tamaño de partículas promedio de 60 µm o mayor y a una velocidad de sedimentación elevada, y una etapa de lavado para deshidratar y lavar el yeso dihidratado separado para conseguir un producto final.
- 60 10. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde en la etapa de hemihidratación (a), la calcinación seca o la calcinación húmeda se lleva a cabo de forma continua de forma multietapa que utiliza al menos dos calcinadores.
- 65 11. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, donde en la etapa de recristalización (c), la calcinación se lleva a cabo de una forma multietapa mediante la conexión de al menos dos tanques de

reacción de recristalización en serie.

- 5 12. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, donde al menos una de la suspensión acuosa cuando la calcinación húmeda se lleva a cabo en la etapa de hemihidratación (a) y la suspensión acuosa en la etapa de recristalización (c), se añade al menos un modificador del hábito cristalino seleccionado entre el grupo que consiste de ácido glucónico, ácido succínico, ácido maleico, ácido tartárico, ácido maleico, ácido málico, ácido acrílico, y ácidos policarboxílicos y sales de los mismos, en un intervalo de 0,1 a 2,0% en peso basado en el yeso dihidratado.
- 10 13. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, donde el yeso dihidratado como materia prima tiene un tamaño promedio de partícula no superior a 30  $\mu\text{m}$ .

Fig. 1

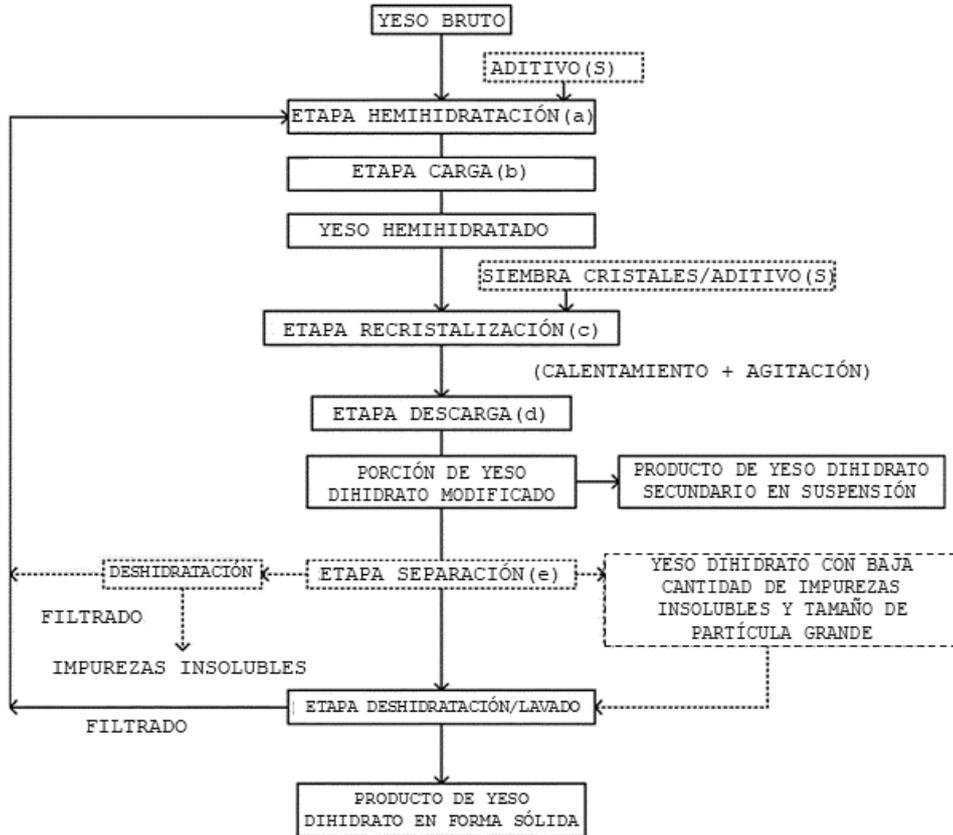


Fig. 2

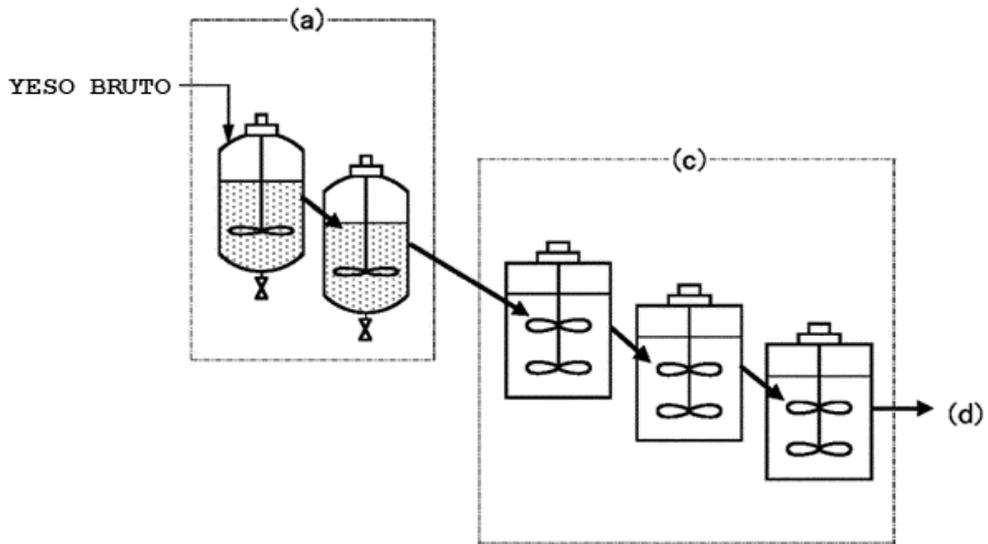


Fig. 3

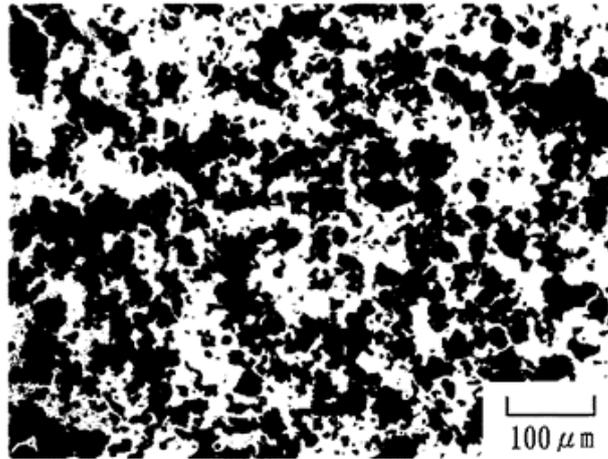


Fig. 4

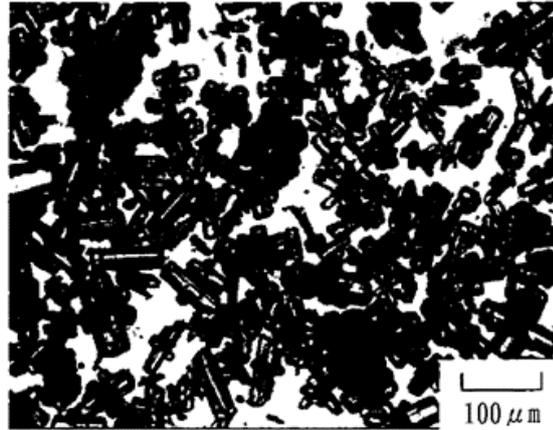


Fig. 5

