



SS.- 819.
=====
"A.-Kohle II.

140857

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de la AMERICAN MAGNESIUM METALS CORPORATION,
entidad de nacionalidad norte-americana, establecida
en 800 Ohio Street, Pittsburgh, (Pennsylvania), Esta-
dos Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCION DE MAG-
NESIO DE COMBINACIONES OXIDICAS DE MAGNESIO POR MEDIO
DE LA REDUCCION CON CARBON".

====O====O====O====O====O====O====O====O====O====O====O====O====O====

El invento se refiere a la extracción de mag-
nesio metálico de combinaciones oxídicas de magnesio
por medio de la reducción con carbón, llevada a efecto



a temperaturas mucho mas altas que el punto de ebullición del magnesio, produciéndose la liberación del magnesio en forma de vapor.

5

10

15

20

25

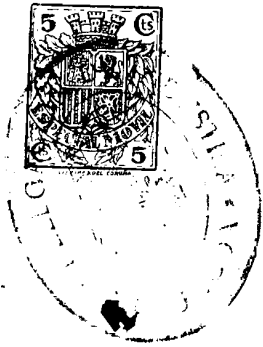
30

El magnesio ha sido producido hasta hace pocos años exclusivamente por la vía electro-química, mientras que los procedimientos estrictamente térmicos no han sido utilizados para nada por la técnica de gran escala. En lo que se refiere particularmente a la reducción de óxido de magnesio con carbón, según la ecuación $MgO + C \rightleftharpoons Mg + CO$, ha fracasado la misma hasta últimamente, a pesar de múltiples tentativas de solución, debido a que los vapores de magnesio que se forman son retransformados, por el óxido de carbono que se forma al mismo tiempo, a óxido de magnesio al descender la temperatura por debajo de la de la reducción, dentro de una caída grande de temperatura. Este inconveniente no pudo vencerse eficazmente hasta disponer del procedimiento que es objeto de la patente española N°. 126461, cuya esencia radica en que los productos de reacción, vaporosos y gaseosos, son mantenidos, hasta el momento de abandonar la cámara de reducción, a una temperatura en la que el equilibrio de la reacción reversible se halla del lado de la formación de magnesio, y en que, solo al salir de la cámara de reducción, son diluidos por la adición de grandes cantidades de hidrógeno (o de otro gas indiferente respecto al magnesio) y enfriados simultánea y repentinamente hasta una temperatura que se encuentra muy por debajo del punto de solidificación del magnesio. El



condensado se precipita, por tanto, en forma de polvo. El gas empleado para la refrigeración que sale del condensador es purificado, después de separar el polvo de magnesio, eliminando del mismo el óxido de carbono, y vuelve a reintegrarse a la circulación. Por el hecho de que para que el enfriamiento se produzca con la rapidez necesaria, se requieren cantidades considerables de gas (50 - 70 m³ por kg de magnesio), el gasto que ocasiona la purificación influye considerablemente en la economía y rentabilidad del procedimiento. El invento resuelve el problema de reducir en lo posible estos gastos, con el empleo de hidrógeno como gas refrigerador, consiguiendo no solo no mermar la acción purificadora, sino incluso aumentarla.

El principio de esta solución consiste en que se elimina de la mezcla gaseosa que sale del condensador de la cámara de reducción, después de separar el polvo de magnesio, una cantidad de óxido de carbono que corresponde al aumento producido por la formación de óxido de carbono en la fase de reducción, realizándose esta eliminación por adsorción selectiva a carbón A (carbón activo) a bajas temperaturas, y en que la mezcla de gas, así purificada, se vuelve a elaborar a gas refrigerador. De preferencia se dividirá la mezcla gaseosa que sale del condensador en dos partes, una de las cuales -de preferencia la mas pequeña - se elimina sin variación en tanto que se somete la otra parte a la purificación por carbón A (carbón activo), al objeto de volver a utilizar la mezcla en el circuito.



65

70

75

80

85

90

La adsorción a carbón A (carbón activo) no puede servir para la separación completa, o casi completa, de hidrógeno y óxido de carbono, debido a que las constantes de adsorción de los dos gases con respecto al carbón A (carbón activo) se aproximan demasiado, aún a temperaturas bajas de trabajo, pero ofrece singulares ventajas dentro del marco del presente invento, en el que solo se aspira a eliminar de la mezcla original una cantidad de óxido de carbono que corresponde al aumento producido por la formación de óxido de carbono en la cámara de reducción. Por este procedimiento de purificación que se recomienda ya por su economía, se libera la mezcla de gases en tratamiento no solo del óxido de carbono, sino también de las demás impurezas, que si bien solo existen en cantidades pequeñas o muy reducidas, influyen desfavorablemente con su presencia en el gas refrigerador, sobre la condensación. Se ha visto que al reintegrar a la circulación del gas refrigerador un hidrógeno así purificado, se hace mas eficaz la reversión de la reacción en la fase de condensación, en condiciones iguales, por lo demás, que cuando, por ejemplo, con la purificación de la mezcla gaseosa por la oxidación de gas de agua, manifestándose ello en que el contenido del condensado en magnesio metálico asciende en proporción sorprendente.

Para conseguir que la parte de hidrógeno que atraviesa en estado libre el carbón A, con un empleo económico de la refrigeración, quede suficientemente liberada de óxido de carbono, se recomienda interrumpir la car-



95 ga del medio adsorbente antes de que se produzca el equilibrio de la adsorción. Mientras que el carbón conserve toda su capacidad de adsorción, el hidrógeno saliente solo contendrá pequeñas cantidades de CO. A medida que se vá saturando el carbón, se acentúa la pendiente de la curva correspondiente al contenido de óxido de carbono, hasta alcanzar el equilibrio de adsorción. Si bien el contenido médio de la mezcla gaseosa desorbida se encontrará siempre por debajo del de la mezcla bruta,

100 todo aconseja, sin embargo, en estas circunstancias, reducir en lo posible la duración de las etapas de carga. El adsorbato puede expulsarse totalmente en pocos minutos con un vacío adecuado. Aunque solo se utilicen dos cámaras de adsorción, puestas en uso alternativamente,

105 se podrá, por tanto, alternar las fases de carga y descarga en plazos de minutos. Una vez desconectada la bomba neumática, el carbón A o carbón activo queda dispuesto para recibir la siguiente carga, sin necesidad de una activación especial. Basta con liberar el adsorbente de vez en cuando, por medio de un ligero recalentamiento (a 70° C por ejemplo), de las impurezas retenidas y sólidas a la temperatura de operación y que no poseen una presión de vapor suficiente para ser eliminadas al vacío (por ejemplo el agua). Por ello, conviene operar con tres cámaras de adsorción, de las que

110 por lo menos una esté provista de una instalación para su calentamiento y enfriamiento.

115

Contribuye también a la mayor rentabilidad del procedimiento, el hecho de que, con un cambio rápido de



120

los periodos de carga y descarga, la cantidad del adsorbente puede ser tan reducida que equivalga a una fracción de la cantidad corrientemente empleada. Además, la duración del carbón A es casi ilimitada, debido al poco desgaste a que queda sometido.

125

El adsorbato es expulsado según procedimientos conocidos, de preferencia por reducción de presión. Se obtiene así un tanto por ciento de hidrógeno, enriquecido fuertemente de óxido de carbono, susceptible de ser elaborado en cualquier forma. Si el hidrógeno retenido por el adsorbente no es reintegrado a la circulación, será necesario aportar de nuevo la cantidad correspondiente.

130

135

De preferencia, se someterá la mezcla gaseosa expulsada a un tratamiento subsiguiente según procedimientos químicos o físicos conocidos para la separación del óxido de carbono del hidrógeno, con o sin recuperación de CO, volviéndose a emplear de este modo también este resto de hidrógeno en el circuito. A este objeto se lleva una parte correspondiente de la mezcla de gases desorbida, por ejemplo por la oxidación del gas de agua, hasta alcanzar el contenido remanente deseado en óxido de carbono. El excedente basta para suministrar, por combustión, la cantidad de vapor necesaria para esta conversión.

140

145

Si se recurre a la medida complementaria que consiste en reducir la presión en dos o mas etapas y de recoger separadamente el desorbato así liberado, procedimiento en si conocido, será posible eliminar, en una



150

operación preliminar en cierto modo, una fracción relativamente pobre en óxido de carbono, antes de ser liberadas las fracciones ricas en óxido de carbono. Conviene que este primer producto sea reintegrado a la mezcla inicial antes de que ésta penetre en la cámara de adsorción.

155

EJEMPLO

160

Se parte de la base de que 13200 m^3 de mezcla de gas de la composición 96.14 % de hidrógeno y 3.86% de óxido de carbono son reintegrados cada hora a la circulación, y de que en la etapa de reducción se le unen por hora 155 m^3 de CO al 100 %, lo que produce un aumento del gas que sale del condensador a $13355 \text{ m}^3/\text{h}$ y un aumento del contenido de óxido de carbono a 4.95 %. De esta mezcla de gas se separan $3685 \text{ m}^3/\text{h}$ sin alteración, en tanto que $9670 \text{ m}^3/\text{h}$ van a las cámaras de adsorción cargadas de carbón.A. Del adsorbato se puede expulsar por reducción de la presión hasta 100 mm un previo volumen de $330 \text{ m}^3/\text{h}$ con un contenido de óxido de carbono de 6 %. Este previo volumen se une a la cuota de 9670 m^3 de la mezcla bruta destinada a la purificación por adsorción al carbón A, antes de que penetre en las cámaras de adsorción, produciéndose así una elevación de la cuota a $10000 \text{ m}^3/\text{h}$. Toda esta cantidad es entonces refrigerada a -50° C y pasada por encima del carbón A previamente refrigerado a la misma temperatura, desligándose así por hora 9340 m^3 de una mezcla de gas cuyo tenor en óxido de carbono ha descendido a 3,45 %. Disminuyendo la presión aún mas hasta unos 10 mm, se desli-

165

170

175



garán del adsorbato $330 \text{ m}^3/\text{h}$ de una fracción que contiene 47 % de óxido de carbono. De esta fracción $115 \text{ m}^3/\text{h}$ son quemados para producir vapor, con ayuda del cual el resto es convertido en $200 \text{ m}^3/\text{h}$ de hidrógeno con 3 % de CO.

180

La cuota separada íntegramente, correspondiente a la mezcla de gases que sale del condensador, de $3685 \text{ m}^3/\text{h}$ con un contenido de 4.95 % de CO, es mezclada con los $9340 \text{ m}^3/\text{h}$ que con un contenido de 3.45 % salen, en espacio de una hora, purificados de la cámara de adsorción. Siendo la pérdida mecánica de $25 \text{ m}^3/\text{h}$, resulta de esta forma una regresión de $13000 \text{ m}^3 \text{ H}_2 \text{ con } 3.88 \%$ de CO, que con los 200 m^3 que por la oxidación de gas de agua vienen a dar cada hora un contenido remanente de CO de 3 %, forman los 13200 m^3 con 3.86 % de CO que han de ser llevados cada hora al condensador como mezcla de gases refrigeradores. En cifras redondas, la tabla de óxido de carbono es la siguiente:

185

190

195

	$13\ 200 \cdot 3.86 = 510 \text{ m}^3/\text{h}$
aumento en CO:	$155 \quad = \underline{155 \text{ m}^3/\text{h}}$
	$655 \text{ m}^3/\text{h}$
Cuota invariada:	$3\ 685 \cdot 4.95 = 182 \text{ m}^3/\text{h}$
200 Gas de carbón A eliminado:	$9\ 340 \cdot 3.45 = 322 \text{ m}^3/\text{h}$
Desorbato convertido:	$200 \cdot 3 \quad = \underline{6 \text{ m}^3/\text{h}}$
	$510 \text{ m}^3/\text{h}$
	$665 + 510 = 155 \text{ m}^3/\text{h}$

205

En el croquis está representado un dispositivo adecuado para la aplicación del procedimiento.

La reducción se desarrolla en un horno eléctri-



co 1, en cuya boca de salida está instalado un condensador 2, al que procede la mezcla de vapores y gases de magnésio, en especial óxido de carbono, que se forma en la cámara de reducción. Por el tubo 3 es insuflado el gas refrigerador, al efecto de condensar a polvo los vapores de magnésio. La mezcla de gases refrigeradores y polvo de magnésio, con los productos gaseosos de la reacción, pasa luego por el tubo 4 a un refrigerador 5, y después a un filtro 6, donde es separado el polvo de magnésio, en tanto que los gases siguen su camino pasando por la tubería 7 que se bifurca en dos conducciones 8, 9. La conducción 8 lleva una parte mas pequeña de la mezcla de gases a un gasómetro 10, mientras que la mayor parte es empujada por un soplete 12 a través de la tubería 9 hácia un refrigerador de baja temperatura. La proporción de las cantidades de gas que se eliminan por las tuberías 8 y 9 se gradúa por medición relativa de los cortes transversales de aquellas. El refrigerador 14 está unido por medio del tubo 15 con una cámara de adsorción 16, que contiene el carbón A. Se han previsto dos cámaras de adsorción como mínimo, que entran alternativamente en función, pero es preferible que haya tres, una de las cuales estará dotada de dispositivos para calentar y refrigerar. De las cámaras de adsorción 16 paralelas se bifurcan sendas conducciones 17 y 18. La conducción 17 regresa al gasómetro, del cual es extraído el gas acumulado por la tubería 19, mediante el soplete 20, y comprimido a través del tubo 3 hácia el condensador 2. La tubería 18 conduce al lado aspirante de la bomba 21, a



cuyo lado impelente está conectada la tubería 22 común a todas las cámaras de adsorción, que se bifurca en las conducciones 23 y 24. En el punto de bifurcación hay una válvula doble, 25. La conducción 23 desemboca en la conducción 9, en un punto que, en sentido de la corriente, se halla delante del soplete, 12. La tubería 24 conduce a un gasómetro 26 el gas acumulado en el cual es aspirado por medio de un compresor 28, a través de la conducción 27 para ser enviado, por la tubería 29 hacia la instalación convertidora, 30. En la derivación 31 de esta instalación convertidora, hay una caldera de presión 32. La tubería de alimentación del gasómetro 26, se bifurca una conducción 33 que va al generador 34.

El funcionamiento de la instalación es el siguiente: La mezcla de los productos de reacción en estado de vapor y gaseoso, es aspirada por el soplete 12 y extraída del condensador 2 pasando por el refrigerador 5 y el filtro 6. En el filtro 6 se elimina el polvo de magnésio contenido en la mezcla. Una parte de la mezcla gaseosa que sale por la conducción 7, pasa por el tubo 8 al gasómetro 10; el resto pasa al refrigerador 14, en donde la mezcla es enfriada por ejemplo a -50° C. De aquí pasa la mezcla a una cámara de adsorción 16, cuya carga ha sido previamente refrigerada a -50° C por medio de un refrigerador no representado. Durante este proceso está abierta la válvula 17', situada en la conducción 17, y cerrada la válvula 18' de la conducción 10, de forma que la mezcla saliente en estado libre de CO y H₂ puede fluir por la conducción 17 hacia el gasómetro 10. Ahora



265 se lleva la corriente de mezcla a la segunda cámara de
adsorción, conectándose la primera cámara, a los efec-
tos de su descarga, con la bomba 21, cerrando para ello
la válvula 17' y abriendo la válvula 18'. Hasta el mo-
mento en el que se alcanza un vacío determinado (por
270 ejemplo 100 mm) será aspirada una mezcla cuyo contenido
en CO equivale mas o menos a la mezcla que sale del con-
densador. Esta primera producción es reintegrada por la
conducción 23 a la conducción 9, después de cerrar, me-
diante la válvula de doble paso 25, la conducción 24 que
275 va a la instalación convertidora. A continuación y dan-
do para ello una vuelta a la válvula 25, se abre paso
al gas a la conducción 24, siguiéndose la reducción de
la presión, hasta que ésta alcance un valor de por ejem-
plo 10 mm. De este modo se expelle una mezcla de gases
280 que contiene aproximadamente 50 % de CO. Esta mezcla pa-
sa por el tubo 24 al gasómetro 26, desde donde el com-
presor 28 lo hace llegar en la instalación de conversión
30, en la que se extrae el óxido de carbono hasta dejar
un remanente de 3 %, por medio de la óxidación del gas
de agua. Después de lavar el ácido carbónico, el gas
285 purificado pasa de la caldera de presión 32, por el tubo
31, al tubo 3, al cual se insufla, por el soplete 20,
también el gas acumulado en el gasómetro.

Para poner en marcha la instalación, se produ-
290 ce en el generador 34, gas de agua, que se insufla, des-
pués de extraer el CO hasta alcanzar el contenido rema-
nente obtenible, desde la instalación de conversión al
condensador 2, directamente por los tubos 31 y 3.



295

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Alemania el 12 de Mayo de 1938, bajo el N.º. A 86.822, se acoge a los beneficios del art.º. 51 del Estatuto vigente sobre Propiedad Industrial.

=====

===== N O T A =====

=====

300

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención, son los siguientes:

305

1.º. Un procedimiento para la extracción de magnésio metálico de las combinaciones oxídicas de magnésio, por medio de la reducción con carbón, y evaporación, siendo mantenidos los productos de reacción en forma de vapor y gas hasta abandonar la cámara de reducción, a una temperatura con la cual el equilibrio de la reacción inversible $MgO + C \rightleftharpoons Mg + CO$ se encuentra del lado de la formación de magnésio, y en el que estos productos de reacción no son diluidos y refrigeradas simultánea- y repentinamente por efecto de la aportación de grandes cantidades de hidrógeno que vuelve a ser utilizado en la circulación, hasta que salen de la cámara de reducción, al objeto de condensar a polvo los vapores de magnésio producidos, caracterizado por el hecho de que de la mezcla de gases que sale del condensador, y después de separar el polvo de magnésio, se extrae por la adsorción selectiva a carbón A (carbón activo) efectuada a temperaturas bajas, una cantidad de óxido de carbono en la escala de reducción, y de que la mezcla

310

315

320



así purificada vuelve a emplearse, después, como gas refrigerador.

x

325

2º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 1º., caracterizado por el hecho de que la mezcla de gases que sale del condensador se divide en dos partes, una de las cuales, de preferencia la menor, se separa tal como es, en tanto que la segunda parte se somete a la purificación con carbón A (carbón activo), para volver a emplear la mezcla en la circulación.

330

3º. Un procedimiento, según lo reivindicado en el punto 2º., caracterizado por el hecho de que el adsorbato es expulsado en forma conocida, de preferencia por reducción de presión, y es reducido por medio de un tratamiento subsiguiente, y utilizando para ello procedimientos físicos o químicos para la separación del óxido de carbono e hidrógeno conocidos, hasta alcanzar un remanente de óxido de carbono que en ningún caso será superior, pero si inferior, de preferencia, al contenido de óxido de carbono de la mezcla de gases que sale del condensador, y de que el hidrógeno así purificado es reintegrado a la circulación de la mezcla de gases refrigeradores.

335

340

345

4º. Un procedimiento para la extracción de magnésio de combinaciones oxídicas de magnésio por medio de la reducción con carbón.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, ilustrado en el dibujo que se acompaña y para los



- 14 -

fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de 14 hojas escritas a máquina por una sola cara.

San Sebastián a 5 ABR. 1939

III Año Triunfal.

P. A.

ALBERTO DE ELZABURU
Agente de la Propiedad Industrial

P.P. *J. M. Alcazar*

