

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

15 16 24



MEMORIA DESCRIPTIVA que forma parte integrante de la patente de invención que se solicita en España a favor de la casa Oesterreichische Magnesit Aktiengesellschaft de Radenthein (Alemania) por: "PROCEDIMIENTO PARA LA REFINACION DEL MAGNESIO O DE SUS ALEACIONES".

Inventores: Dr. Georg Schichtel de Leipzig  
Dr. Friedrich Jaburek de Radenthein

La refinación del magnesio ó de sus aleaciones con carnalita (la sal doble  $KCl.MgCl_2$ ) ó con cloruro de magnesio, combinaciones antiguamente empleadas para la obtención del magnesio, con sales de liquefacción, no se obtenia resultado; se podía únicamente obtener un metal impuro conteniendo cloruro, de manera que el metal depurado tenia que someterse a otro tratamiento especial al objeto de eliminar el resto del cloruro magnésico. Por este motivo se procuraba primero prescindir en lo general del empleo de fundentes para realizar el refino mediante gases indiferentes (hidrógeno, helio y metano) que se hacia pasar a través del metal fundido (Patente alemana Nro. 237 774 y 241 007) Por este método se lograba efectivamente un metal absolutamente exento de impurezas, aún cuando el coste del procedimiento no era precisamente reducido, pero no eliminandose a pesar de ello el óxido y el nitrure que acompañaba el metal. La solución prácticamente satisfactoria solo la trajo consigo el procedimiento de la patente alemana Nro. 403 802, que se funda en la idea de comunicar al  $Mg.Cl_2$  (ó a la carnalita) fundido, mediante adición de coagulantes, una viscosidad tal, que la carga salina se sedimente despues de absorbidas las impurezas, lograndose separarlas del metal depurado mediante una sencilla decantación. Este método de refino llegaba pronto a predominar sobre los demás y conserva este predominio aún al presente. Al emplearse óxidos metálicos (especialmente el óxido magnésico) como coagulante aumenta la viscosidad de la masa fundida, poco más, ó menos proporcionalmente a la dosis de óxido añadida. En cambio, una dosis de fluoruros rebaja en lo general primero el punto de fusión y produce un aumento cada vez creciente de la viscosidad



30 (Beck, "El Magnesio y sus aleaciones", 317) solamente después de excedida la concentración eutéctica y (después de ) ascender la curva del punto de fusión al seguirse aumentando la cantidad de fluoruro añadida a la mezcla. Un fundente de la composición típica de esta clase se halla constituido como sigue: 70% de carnalita, 20%  $\text{CaF}_2$  y el 10% de  $\text{MgO}$ .

35 En contraposición con el procedimiento de hidrógeno, este método también conduce a la completa eliminación de las impurezas de los p tipos de óxido y nitruro siendo utilizable además para la depuración del metal viejo. Los procedimientos de refinado que se basan en la regla fundamental <sup>de</sup> que se al remover el metal fundido, se conglomeren por aglutinamiento las impurezas flotantes, para formar una escoria, que resulte de un peso específico mayor que la masa fundida, tienen estos no obstante diversos inconvenientes inevitables. Puesto que la escoria es glutinosa, no se separa con la perfección debida del metal refinado, de suerte que se originan .

40 pérdidas motivadas por la adhesión de partículas metálicas a la escoria que se extrae. Pero en todo caso tiene que verse separada

45 mente un residuo muy cargado de impurezas de metal fundido. La circunstancia de que la mayor parte de la escoria glutinosa se deposita en el fondo y en las paredes del crisol, implica el riesgo

50 de que durante la operación de fundido se desprendan partículas de esta escoria para mezclarse con el metal refinado, haciéndose necesaria además una laboriosa limpieza del crisol, después de terminada la fundición. Por último se origina un innecesario aumento en el consumo de sal de depuración porque una parte del cloruro ya

55 se combina químicamente con el óxido magnésico adicionado.

Todos estos inconvenientes han sido suprimidos por la aplicación de un refinamiento que se diferencia fundamentalmente del conocido método basado en el empleo de cloruro magnésico ó carnalita en que se utilizan como ingredientes de refinación unos

60 cloruros, que al remover la masa metálica fundida, se disocian y se evaporan ó no, ingredientes que son a saber cloruros de hierro ó mezclas de este cloruro con cloruro de cinc y para lo cual pueden ser acompañados estos en ambos casos, de pequeñas cantidades (Apr. 30%) de halogenuros de magnesio (Patente Alemana Nro. 131 774).

65 Para este procedimiento se efectúa la separación de las impurezas por las corrientes de gas que ascienden a la superficie atravesando la masa fundida, corrientes que arrastran a la superficie del

15 18 4



70 baño las materias extrañas suspendidas donde se aglutinan estas con la espuma para formar una escoria pulverulenta que se deja separar fácilmente y con seguridad del metal fundido. Si el fundente contiene cloruros, por ejemplo cloruro magnésico, como componente secundario

aparate de los cloruros volátiles principales, en este caso son arrastrados también a la superficie sin imprimir por ello el efecto aglutinador a la escoria separada.

75 Un Procedimiento posterior de índole parecida consiste en mezclar intimamente la masa metálica fundida con fluoruros que se evaporan a la temperatura de fusión ó a la de fundición ó que se disocian en sus partes componentes de los que cuando menos una tiene estado gaseoso ó de vapor (patente alemana Nro. 142 227), Fluoruros que se prestan particularmente bien para la ejecución de este procedimiento fluosilíceos metálicos. Las sales metálicas del ácido fluosilícico separan durante el caído el tetrafluoruro de silicio gaseiforme ( $\text{SiF}_4$ ) que se distribuye fina y uniformemente sobre la masa metálica en tanto que el fluoruro metálico queda sin fundir para extenderse en forma de cubierta sobre la superficie de dicha masa fundida. El mejor resultado a dado el empleo del fluosilicato de magnesio ( $\text{MgSiF}_6$ ). Para el procedimiento interesa en segundo término los borofluoruros metálicos. Además pueden lograrse efectos de refino equivalentes con fluoruro amónico neutral ó ácido, o bien con sales que contienen en forma compleja y químicamente combinado el fluoruro amónico ( como por ejemplo el fluosilicato de amonio) ó por último con mezclas de fluoruro de amonio. Los gases formados por la desintegración de las sales depuran el metal fundido, al pasar por este en forma de cadenas de burbujas, completamente de las inclusiones no metálicas ( sobre todo de los óxidos y nitruros), las cuales suben a la superficie sin dejar restos salinos en la masa fundida.

80

85

90

95

Debido a la perfección de estos dos métodos de refino con ingredientes de depuración volátiles se ha logrado volver a emplear los ingredientes de refinación salinas, sin cuyo componente principal es el cloruro magnésico ó la carnalita, sin sacrificar la ventaja de la refinación por medios de corrientes de gas. Por un aumento sistemático de la dosis de cloruro magnésico adicionada se ha investigado que el cloruro de hierro ó el cloruro de cinc ó mezclas de cloruro de hierro con cloruro de cinc ó también los fluoruros que para el procedimiento de la patente alemana nro. 142227 sirven como ingredientes de refino exclusivo, poseen la virtud (usando la locución de los prácticos de hacer subir a la superficie del baño, en presencia de cloru-

100

105

15 16 24



- 4 -

ro magnésico,, hasta para el caso de que la dosis supere de una tercera parte hasta la mitad de toda la masa, la totalidad de impurezas en  
110 forma de una escoria seca, de cuya superficie puede separarse netamente del metal fundido. Además se ha evidenciado que para las mezclas salinas de esta índole se puede emplear la carnalita sin que por ello capte el metal refinado los más pequeños rastros de cloruro alcalino. Puesto que la carnalita es la materia fundamental más económica que  
115 sosee un poder disolvente muy bueno para el óxido y el nitrato de magnesio además de ser un buen fundente, tan solo por esta circunstancia ya se ha conseguido un adelanto muy considerable.

La parte de los ingredientes de refinación no volátiles, que prácticamente es arrastrada en su totalidad por el vehículo gaseoso,  
120 forme, puede aumentarse con otros ingredientes que producen un descenso del punto de fusión y de la viscosidad. Con estos ingredientes se logra precisamente el efecto contrario de lo que deben hacer los coagulantes del procedimiento correspondiente a la patente alemana nro. 403 802. Como tales ingredientes interesan ante todo los cloruros alcalinos y el cloruro de calcio ó sean por consiguiente compuestos  
125 químicos que en el cuadro del conocido procedimiento sirven para la finalidad opuesta. Esta contradicción se aclara por las circunstancias de que las cantidades de los ingredientes al servicio del nuevo procedimiento no deben exceder esencialmente las concentraciones eutécticas. Así es que por ejemplo el cloruro potásico funde a 776 grados Centígrados, el cloruro magnésico a 711 ° C., en tanto que el cloruro doble  
130  $KCl.MgCl$ , la carnalita funde a 490°C. Por la disminución de la parte del cloruro cálcico desde el 50% de molecula gramo al 33% de molecula gramo puede reducirse el punto de fusión de la mezcla a 426°C., con lo  
135 cual se produce paralelamente una disminución de la viscosidad. De esta manera puede uno aproximarse por el procedimiento más favorable para la operación, adicionando ó bien una dosis de cloruro potásico al cloruro magnésico ó bien agregando una dosis de cloruro magnésico a la carnalita. Este proceder tiene importancia práctica, particularmente  
140 para el empleo de la carnalita en cuyo caso se utiliza preferentemente una mezcla de carnalita y de cloruro magnésico que contiene una cantidad de cloruro potásico que importa un 25% hasta un 40% de molecula gramo. Condiciones parecidas a las anteriores se dan para las mezclas que lleven una cantidad de cloruro cálcico para rebajar el punto de

15 18 44



145 fusión y la viscosidad de la componente de cloruro magnésico.

De esta forma, la idea fundamental de esta práctica preferida del nuevo procedimiento es la de que en lugar de cargar el cloruro magnésico ó la carnalita con coagulantes se intensifica la fuerza ascensional de la escoria mediante la formación de gases ó vapores con auxilio de la disminución del punto de fusión y de la viscosidad de la componente de cloruro magnésico. Puesto que la escoria no se adhiere ni a las paredes ni al fondo no pueden desprenderse partículas de la misma para mezclarse con el metal refinado durante la fundición, ni pueden quedar tampoco residuos de escoria en el crisol. La escoria que se recoje con cucharas es absolutamente exenta de metales. Por consiguiente las pérdidas de fusión se reducen al inevitable limite mínimo. Por otra parte se obtiene tambien el metal refinado absolutamente libre de impurezas. Comparando con las proposiciones anteriores para emplear ingredientes de refinación volátiles, el nuevo procedimiento ofrece la ventaja de un rendimiento económico mayor.

Aqui se indican como ejemplo las siguientes mezclas de sales:

165	60% de MgCl <sub>2</sub> ,	40% de FeCl <sub>2</sub> ,	
	60% de MgCl <sub>2</sub> ,	40% de ZnCl <sub>2</sub> ,	
	60% de MgCl <sub>2</sub> ,	30% de FeCl <sub>2</sub> ,	10% de ZnCl <sub>2</sub> ,
	60% de MgCl <sub>2</sub> ,	40% de MgSiF <sub>6</sub> ,	
	60% de MgCl <sub>2</sub> ,	35% de MgSiF <sub>6</sub> ,	5% de (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SiF <sub>6</sub>
170	60% de MgCl <sub>2</sub> ,	30% de FeCl <sub>2</sub> ,	10% de MgSiF <sub>6</sub> .

En todas estas mezclas se sustituyen ventajosamente las 60 partes de cloruro magnésico por una mezcla de 40 partes de carnalita y 20 partes de cloruro magnésico. Una mezcla salina que contiene cloruro cálcico puede componerse por ejemplo, de 55% de MgCl<sub>2</sub>, 35% de FeCl<sub>2</sub> y de 10% de CaCl<sub>2</sub>.

La masa que contiene magnesio se funde adicionando paulatinamente la mezcla de los ingredientes de refinación (en una cantidad importando del 1 - 3 % del peso de la masa sometida a la operación del refino). Removiendo continuamente, se mantiene la temperatura del baño entre los limites de 720 y 750° C. Las corrientes de gas que através de la masa fundida ascienden a la superficie, arrastran las inclusiones y las materias extrañas flotantes consigo, cuyas impurezas se combinan con la espuma de la superficie. La cubierta salina así formada puede separarse netamente del metal refinado, ó bien se aglutina para formar una sólida costra de protección según el procedimiento de la patente alemana N° 143 247 mediante esparci-

15 16 24



- 6 -

190 miento de la superficie del baño de asfalto, caseína, harina de  
cuerno, azúcar ú otras materias orgánicas sólidas similares que se  
quemen con formación de espuma y que se convierten en carbón de for-  
ma de costra, por debajo de cuya costra pueda verterse el puro metal  
después de seprar esta costra del borde del crisol ó bien de agujerear  
195 la.

Es conveniente fundir las mezclas de las sales antes de su  
empleo adin de lograr su mézcla íntima y emplear la materia así ob-  
tenida en estado de trituration.

#### REIVINDICACIONES

- 200 1. Procedimiento para la refinación del magnesio ó de sus aleaciones  
con mezcla de sales, las cuales contienen además del cloruro de mag-  
nesio por lo menos un compuesto, el cual se evapora a la temperatu-  
ra de liquefacción ó de fusión, o que se descompone bajo la forma  
205 de gases ó vapores, caracterizado porque se emplea como parte prin-  
cipal el cloruro de magnesio en cantidades limitadas hacia arriba,  
para que estas ó las sales evaporables sean suficientes para que la  
escoria que se produce sea elevada a la superficie del baño por los  
gases ó vapores producidos.
- 210 2.- Procedimiento según el número 1, caracterizado, porque en vez de  
cloruro de magnesio se emplea como parte principal carnalita.
- 3.- Procedimiento según 1 y 2, caracterizado porque la mezcla de  
sal contiene agregados, los cuales producen un descenso del punto de  
liquefacción y de la viscosidad de la parte no evaporable.
- 215 4.- Procedimiento según el número 3, caracterizado porque se agrega  
cloruro potásico al cloruro de magnesio ó cloruro de magnesio a la  
carnalita en cantidades 1-as cuales no alteran la concentración en el  
sistema  $KCl-MgCl_2$  esencialmente.
- 5.- Procedimiento según el número 4, caracterizado porque son emple-  
220 adas mezclas de carnalita y cloruro de magnesio, las cuales contie-  
nen de 25 a 30 por ciento molecular de cloruro potásico.
- 6.- Procedimiento según el numero 3, caracterizado porque se añade  
a una ~~mm~~ materia base conteniendo cloruro de magnesio ó a una mezcla  
cloruro cálcico en cantidades suficientes que no sobrepasen la con-  
225 centración en el sistema  $CaCl_2-MgCl_2$ .
- 7.- Procedimiento para la refinación del magnesio ó de sus aleacio-  
nes.

Todo tal y como aparece descrito en la presente memoria.



- 7 -

Con arreglo a lo preceptuado en la vigente Ley de la Propiedad Industrial se solicita el derecho de prioridad de la patente alemana n. 90 826 del 2 de febrero de 1940.

Consta esta memoria de siete hojas foliadas y escritas por una sola cara.

WIEN, a 1 de febrero de 1941

ÖSTERREICHISCHE-MAGNESIT  
AKTIENGESELLSCHAFT

*P.A.*