

P - 13.390

Ma/6-6043, 5045

3 JUN 1955

92 2397



2 22397

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E     D E     I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de MAGNETRIT A.G., entidad suiza, establecida en  
Gotthardstrasse 6, Zurich, Suiza, por:

“UN PROCEDIMIENTO PARA LA DEPURACION DE LIQUIDOS”.

- o -

El invento se refiere a un procedimiento  
para la depuración de líquidos especialmente líquidos  
que contengan azúcar, tal como jugo bruto de azúcar.

La obtención del azúcar a partir del ju-  
go bruto de azúcar se realiza mediante concentración por



222397

evaporación del jugo hasta la cristalización, y, como es sabido, se puede llevar a cabo con tanto mayor rendimiento, mientras más puro sea el jugo, es decir, mientras menor cantidad de materias no azucaradas contenga. Es por lo tanto usual, precipitar en el mayor grado posible las materias extrañas contenidas en el jugo bruto de azúcar, antes de proceder a su concentración por evaporación. La precipitación de dichas materias extrañas se venía efectuando anteriormente mediante una única adición de cal al jugo bruto, después de lo cual se hacía pasar dióxido de carbono a través del mismo (saturación). Esta forma de trabajo tiene, empero, el inconveniente, de que el consumo de cal es muy grande, ascendiendo al menos a alrededor de 2 a 2,5% con relación al material de partida azucarado, por ejemplo el peso de la remolacha azucarada. Por lo tanto, se ha propuesto con el fin de disminuir las cantidades de cal a emplear, el llevar a cabo el tratamiento con la cal en dos fases, una llamada separación previa y una separación principal, después de lo cual es cuando se satura el jugo bruto con dióxido de carbono. Para ello se agrega al jugo bruto durante la separación previa, alrededor de 0,2 hasta 0,3% de  $CaO$ , hasta conseguir un valor pH de aproximadamente 10,8 hasta 11,0, después de lo cual se siguen agregando en frío o en caliente nuevas cantidades de cal en total se consumen por este procedimiento - con relación al material de partida azucarero - alrededor de 0,8 hasta 1,75% de cal.



222397

Se ha descubierto ahora, que se consigue depurar con buen éxito líquidos impuros, tales como por ejemplo aguas residuales o jugos de plantas, especialmente líquidos que contengan azúcar, si se hace actuar sobre dichos líquidos un hidróxido de magnesio especialmente reactivo. Bajo la denominación de "Líquidos que contienen azúcar", deben entenderse líquidos de todas clases azucarados, tales como jugos de plantas que contengan azúcar, por ejemplo los jugos de la caña de azúcar y de la remolacha azucarera, sorgo u otras clases de azúcar, líquidos con contenido de dextrosa, azúcar de madera o residuos de la extracción por lejías sulfúricas que contengan azúcar, etc. El procedimiento de acuerdo con el invento, consiste en incorporar a los líquidos a depurar, carbonato de magnesio o materias que lo contengan, tales como magnetita, dolomita o cal dolomítica, que se transforma en ellos en hidróxido de magnesio, después de lo cual se separan las impurezas precipitadas en el hidróxido de magnesio existente en statu nascenti. Se consigue una depuración muy buena, cuando al líquido a depurar se incorpora un carbonato de magnesio de contextura esponjosa y gran superficie, que se haya obtenido mediante la acción de dióxido de carbono o de gases que lo contengan, sobre una levigación de óxido o de magnesio finamente distribuido o de materias que lo contengan - tal como magnesio de agua de mar, hidrato de magnesio, magnetita calcinada, cal dolomítica, dolomita calcinada o a medio calcinar. Por



222397

lo general resulta conveniente emplear para la obtención del carbonato de magnesia una levigación acuosa, por ejemplo una levigación en agua pura, en líquidos que contengan azúcar o en las llamadas aguas azucaradas residuales.

5 se obtiene un carbonato de magnesia especialmente reactivo, si la transformación de la levigación de óxido e hidróxido de magnesio, o bien de las materias que contengan dichos compuestos, se lleva a cabo con dióxido de carbono o gases que lo contengan, a un valor pH de 7,3 hasta 9,3,

10 preferentemente 8,5 hasta 8,8. La temperatura durante el tratamiento con el dióxido de carbono, no debe ascender convenientemente a más de 55° C, puesto que a temperaturas más altas se forman productos, como por ejemplo carbonatos básicos, que tienen una menor capacidad reactiva que los

15 productos obtenidos a una temperatura inferior a 55° C, e que debido a su mala capacidad para ser filtrados, únicamente se pueden separar con dificultad. En presencia de agua, y según la temperatura a que tuviere lugar la transformación, se obtienen hidratos de carbonato de magnesio

20 con distintos contenidos de agua. A una temperatura de hasta aproximadamente 10° C, se forma carbonato de magnesio pentahidrato ( $MgCO_3 \cdot 5H_2O$ ), que a una temperatura más alta se transforma en carbonato de magnesio trihidrato ( $MgCO_3 \cdot 3H_2O$ ); a temperaturas más elevadas de unos 55° C,

25 se forma carbonato de magnesio monohidrato ( $MgCO_3 \cdot H_2O$ ), que es más difícil de ser filtrado, que el carbonato de magnesio trihidrato.



222307

La incorporación del carbonato de magnesio capaz de reaccionar en el líquido a depurar, puede realizarse de maneras diferentes. Así, por ejemplo se puede producir in situ el carbonato de magnesio reaccio-

5 nable, mediante la acción de dióxido de carbono o de gases que lo contengan, sobre óxido de magnesio o mate-  
rias que lo contengan, que se encuentren en el líquido a depurar. De las temperaturas a emplear para ello, puede decirse lo mismo que más arriba, es decir, que a tem-

10 peraturas bajas, se obtiene carbonato de magnesio pentahidrato, que es estable hasta alrededor de 10° C, mientras que a temperaturas más elevadas, se produce carbonato de magnesio trihidrato y a temperaturas de más de 55° C se forma carbonato de magnesio monohidrato, el cual, empe-

15 ro, empeora la capacidad de filtración del precipitado formado. Igualmente se puede agregar el carbonato de magnesio reaccionable, una vez ya formado, a los líquidos a depurar, empleándose entonces en forma de levigación, especialmente una levigación de hidratos obtenida

20 por el procedimiento descrito, o bien también en forma seca. Bajo la denominación de "en forma seca", deberá entenderse, que el carbonato magnésico se emplea, o bien en forma anhidra, o en forma de carbonato de magnesio puro, o en forma de pentahidrato, trihidrato o monohidrato definidos.

25

A la vez que el carbonato de magnesio, se puede agregar a los líquidos a depurar, también cal o ma-



222307

terias que la contengan. La sucesión de las adiciones puede a este respecto elegirse a discreción, es decir, que se puede agregar primeramente la cal o las materias que la contengan, y después el carbonato de magnesia, o bien a la inversa. Especialmente cuando el procedimiento se realiza sin separación principal, es decir, cuando no se sobrepasa un valor pH de a lo sumo 11,5, resulta conveniente en algunos casos, incorporar primeramente el carbonato de magnesia reaccionable o las materias que lo contengan, y no agregar cal o materias calizas, hasta que no sigue su curso el procedimiento. Por lo general, empero, se obtiene un resultado especialmente bueno, cuando se agregan en primer lugar la cal o las materias que la contengan. Esta forma de trabajo es de gran importancia especialmente para la depuración de líquidos que contengan azúcar, tal como jugo de azúcar, y posibilita, debido al empleo de pequeñas cantidades de carbonato magnésico reaccionable a la vez que cantidades de cal, que en general son sustancialmente menores que las hasta ahora precisas para la obtención del azúcar, la fabricación de productos de un elevado grado de pureza y de un color magnífico.

Una forma de realización de esta forma de trabajo consiste en que el líquido que contiene azúcar - tal como especialmente el jugo bruto de azúcar - una vez tratado con cal o materias que la contengan, dado el caso en combinación con la acción de dióxido de carbo-



222397

5 he, puede ser carbonatado con ayuda de carbonato de magnesia reaccionable o de materias que lo contengan, a un valor pH de más de aproximadamente 10,0, formándose carbonato de calcio a un valor pH menor de 10, convenientemente  
10 de 8,8 hasta 9,6, después de lo cual se separa el sedimento formado. (Bajo "carbonatación" debe entenderse aquí la incorporación de carbono o  $\text{CO}_2$  inmediatamente disponible, con ayuda de carbonato de magnesia reaccionable). En esta forma de realización del procedimiento de acuerdo con el  
15 invento, el tratamiento del líquido que contiene azúcar, con el carbonato de magnesia reaccionable, tiene lugar, o bien inmediatamente después de una separación previa con ayuda de alrededor de 0,25 a 0,5% de cal, o bien las cantidades correspondientes de materias calizas - con relación al material de partida que contenga azúcar - a un  
20 valor pH de hasta alrededor de 11,5, preferentemente a un valor pH de 10,8; o bien también no se emplea el carbonato de magnesia reaccionable hasta después de una separación principal realizada con cal o materias calizas, a un valor pH de hasta aproximadamente 12, y una inmediata saturación con dióxido de carbono o de gases que lo contengan, hasta un valor pH de alrededor de 10,4 a 11,2.

25 La incorporación del carbonato de magnesio reaccionable al líquido a tratar, se puede llevar a cabo a este particular - según se ha dicho ya más arriba - tanto mediante la adición directa de carbonato de magnesio reaccionable ya preparado - por ejemplo en forma seca o



22397

en forma de una levigación - o bien también por formación in situ en el líquido.

En el caso de un método de trabajo por separación principal, se puede filtrar después de la saturación, y efectuarse la depuración con carbonato de magnesio en el filtrado. Si bien de este modo no puede conseguirse una velocidad de filtración muy elevada, en cambio se aumenta considerablemente el efecto depurador. Otra modificación consiste en que después de la separación principal, no se satura con  $\text{CO}_2$  gaseoso, sino que el carbonato de magnesio reaccionable, se agrega al líquido azucarado inmediatamente después del tratamiento con la cal; en esta forma de proceder, se consumen, como es natural, cantidades mayores de carbonato de magnesio reaccionable, que en la saturación ya conocida, puesto que en el primer caso, el efecto de saturación se produce sin  $\text{CO}_2$  gaseoso, y si tan sólo con ayuda del  $\text{CO}_2$  contenido en el carbonato de magnesio. Una ventaja especial del procedimiento de acuerdo con el invento consiste precisamente, en que las fábricas de azúcar que no disponen de horno de cal propio, y por lo tanto, tampoco de producción propia de  $\text{CO}_2$ , tienen, no obstante, la posibilidad de saturar y de obtener con ello sedimentos aptos para ser filtrados, evitando la desagradable decantación etc. Ello es debido, a que el carbonato de magnesio reaccionable, representa un  $\text{CO}_2$  sólido y capaz de ser almacenado, del cual pueden mantenerse reservas, disponiéndose de él en todo tiempo. Con su ayu-



222397

da puede llevarse a cabo la saturación de manera similar que con el  $\text{CO}_2$  gaseoso, presentándose además de esto el efecto depurador de acuerdo con el invento, gracias al  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  que se produce in statu nascendi.

5 Indiferentemente de si el carbonato de magnesio reaccionable se emplea ya después de la separación previa o bien después de la separación principal, la adición o alternativamente la transformación con cal (carbonatación) tiene lugar convenientemente a una temperatura  
10 de alrededor de  $80^\circ \text{C}$ . En términos generales puede decirse, que para conseguir una elevada velocidad de filtración para el líquido depurado, debe la carbonatación efectuarse muy rápidamente, por ejemplo en el transcurso de unos 3 a 5 minutos. El carbonato de magnesio reaccionable se emplea a este respecto generalmente en cantidades de alrededor de 1 a 2% de  $\text{MgO}$ , con relación a la cantidad de  
15 azúcar. El carbonato de magnesio reaccionable se transforma con el  $\text{CaO}$  contenido en los líquidos a depurar, formando carbonato de calcio e hidróxido de magnesio, y el  
20 hidróxido de magnesio, que se produce en estado naciente, provoca además de la descalcificación, bajo la formación de carbonato de calcio, también el precipitado de las impurezas existentes, y con ello una fuerte decoloración de los líquidos. Los líquidos que contienen azúcar, tratados  
25 de este modo, pueden ser separados ya a los pocos minutos de la actuación del carbonato de magnesio, del sedimento formado, por ejemplo mediante centrifugado o filtrado.

222397



En la separación del sedimento por medio de filtración, se observa que la velocidad de filtración de los jugos es sustancialmente más elevada, que la de los jugos, que fueron sometidos exclusivamente a uno de los tratamientos con cal hasta ahora corrientes. Resulta especialmente sorprendente la fuerte mejora de las propiedades de los jugos, que puede conseguirse al aplicar el procedimiento de acuerdo con el invento en la depuración de jugo bruto de remolacha azucarera; así por ejemplo puede ser tratado con muy buen éxito un jugo obtenido a partir de remolachas congeladas y previamente separado con cal, valiéndose para ello de carbonato de magnesio reaccionable.

Otra mejora de la pureza y de la velocidad de filtración de líquidos que contengan azúcar, puede conseguirse después de realizadas la separación previa e alternativamente la separación principal, mediante carbonatación con ayuda de carbonato de magnesio reaccionable e inmediata extracción del carbonato de magnesio en exceso con lechada de cal (calcificación posterior), convenientemente hasta un valor pH de más de 10,0, preferentemente de 10,2, después de lo cual se separa el sedimento formado. No es precisa en este caso una separación inmediata del sedimento formado después de la carbonatación, sino que basta una única separación después de la adición de la lechada de cal. En esta calcificación posterior únicamente se agregan las cantidades justamente necesarias de lechada de cal para la eliminación del carbonato de magne-



222397

sio sobrante. Los filtrados obtenidos después de la adición de carbonato de magnesio reaccionable y, dado el caso, de lechada de cal e inmediata separación del sedimento, pueden ser entonces neutralizados de la manera en sí conocida con ácidos, como dióxido de carbono o dióxido de azufre, y ser separados del sedimento formado, todo ello con el fin de una mayor depuración.

Otra forma de realización del procedimiento de acuerdo con el invento empleando carbonato de magnesio reaccionable junto con cal o materias calizas, consiste en ajustar el líquido que contiene azúcar, preferiblemente mediante adición de cal o de materias calizas, a un valor, pH de alrededor de 8,5, y después, mientras se mantiene un valor pH constante de aproximadamente 8,5 a 9,5, tratarlo con óxido de magnesio o materias que lo contengan - tal como magnesita calcinada, dolomía calcinada o lechada de dolomía - y con dióxido de carbono, a efectos de formar carbonato de magnesio reaccionable, después de lo cual se agrega al líquido que contiene azúcar, CaO ó lechada de cal, separándose el sedimento formado. El ajuste de un valor pH de alrededor de 8,5 en los líquidos que contienen azúcar, puede realizarse aparte de con cal o materias calizas, también por ejemplo con óxido de magnesio o carbonato de magnesio reaccionable, si bien generalmente, por motivos económicos, resultará conveniente emplear cal, puesto que de ésta se dispone en casi todas partes en grandes cantidades y a precios bajos.



222397

En esta forma de realización del procedimiento de acuerdo con el invento, se puede operar igualmente, tanto con, como también sin separación principal.

Al operarse sin separación principal, la  
5 solución azucarada se trata convenientemente a un valor  
pH constante de alrededor de 8,5 a 9,5, preferiblemente  
8,8 y a una temperatura de menos de 55° C, con hidrato  
de dolomita o una mezcla de lechada de cal y lechada de  
hidróxido de magnesio, y al mismo tiempo, con dióxido  
10 de carbono o gases que lo contengan, después de lo cual  
el carbonato de magnesio reaccionable formado, se trans-  
forma en hidróxido de magnesio bajo calentamiento, me-  
diante la adición de lechada de cal hasta un valor pH de  
10,0 a 10,8, preferiblemente 10,2, y a continuación se  
15 separa el sedimento formado. Se ha podido comprobar,  
que puede conseguirse una mejora del efecto depurador en  
esta forma de trabajo, si el líquido que contiene azúcar,  
es carbonatado después de la formación del carbonato de  
magnesio reaccionable conseguido con ayuda de dióxido de  
20 carbono, y después de agregar cal o lechada de cal hasta  
conseguirse un valor pH de alrededor de 10,0 a 10,8, para  
lo cual se incorpora carbonato de magnesio reaccionable,  
convenientemente en forma de una levigación, después de  
lo cual, una vez agregada cal o materias calizas - prefe-  
25 riblemente hasta un valor pH de aproximadamente 10,4 -  
se separa el sedimento formado.

Esta clase de separación será designada



222397

de ahora en adelante como "separación recíproca", y proporciona frente a la separación previa usual, o alternativa-  
mente separación principal con cal o lechada de cal, una  
mejor absorción de color, una más elevada velocidad de  
5 filtración, más altos cocientes de jugo, un menor consumo  
de cal y un mejor rebajamiento de la dureza del jugo. Los  
magníficos productos conseguidos mediante esta separación  
recíproca, se basan en la transformación del carbonato de  
magnesia reaccionable, producido in situ en el líquido  
10 a depurar, con un pequeño exceso de  $\text{CaO}$  dentro de la gama  
de pH indicada de 8,5 a 10,8, para formar carbonato cálcico  
e hidróxido de magnesio, con lo cual ya de por sí tie-  
ne lugar un efecto depurador muy pronunciado. El pequeño  
exceso de  $\text{CaO}$  existente todavía después de dicha trans-  
15 formación, se precipita entonces mediante la adición de  
un exceso de carbonato de magnesio reaccionable, formando  
nuevamente carbonato cálcico e hidróxido de magnesio, mien-  
tras que por la acción de estas materias presentes en esta-  
do naciente, se sigue aumentando el efecto depurador. Me-  
20 diante la inmediata adición última de escasas cantidades  
de cal o de materias calizas, pueden ser precipitados los  
posibles pequeños excesos de carbonato de magnesio todavía  
existentes.

La forma de realización del procedimiento  
25 de acuerdo con el invento, en la que la formación del car-  
bonato de magnesio reaccionable se realiza in situ mante-  
niendo un valor pH constante de 8,5 a 9,5, puede combinar-



13 JUN 73

222397

se - según hemos mencionado ya - con una separación principal realizada con ayuda de cal o de materias calizas. En esta forma de trabajo, se agrega el líquido que contiene azúcar, una vez que se ha formado el carbonato de magnesio reaccionable bajo la acción del dióxido de carbono, CaO ó lechada de cal, hasta que se consigue un valor pH de alrededor de 12, después de lo cual se hace entrar dióxido de carbono hasta un valor pH de aproximadamente 10,8, y se separa el sedimento formado. Dado el caso se pueden agregar después de la saturación con dióxido de carbono, pequeñas cantidades de carbonato de magnesio reaccionable, no siendo entonces necesario filtrar hasta después de dicha adición.

La transformación in situ del carbonato de magnesio reaccionable con cal o lechada de cal, se lleva a cabo convenientemente a una temperatura de alrededor de 80° C, indiferentemente de si a continuación, mediante la adición de cal o de materias calizas, se llega hasta un valor pH de 10,8, o de si - tal como es el caso en la forma de trabajo combinada con una separación principal - se llega hasta un valor pH de alrededor de 12.

La otra forma de realización del procedimiento de acuerdo con el invento, en la que el líquido a depurar, especialmente un líquido que contenga azúcar, tal como jugo bruto de azúcar, es tratado primeramente con carbonato de magnesio o con materias que lo contengan, y a continuación es cuando se trata con cal o alternativa-



13

222397

mente materias calizas, puede realizarse convenientemente de modo, que la cal o las materias calizas se agreguen al material que contiene el carbonato de magnesio, hasta conseguirse un valor pH de alrededor de 10,0 a 10,2, después de lo cual se separa el sedimento formado. También en esta forma de trabajo puede efectuarse la formación del carbonato de magnesia in situ; para ello se incorpora al líquido a tratar, óxido de magnesio o materias que lo contengan, después de lo cual, y con el fin de formar carbonato de magnesio reaccionable, se hace pasar dióxido de carbono, hasta que el valor pH desciende a alrededor de 7,5 agregándose entonces, tal como se ha indicado más arriba, cal o materias calizas, tal como especialmente lechada de cal, de manera que se forma hidróxido de magnesio en estado naciente, separándose finalmente el sedimento. Indiferentemente de si el carbonato de magnesio reaccionable, por ejemplo en forma de carbonato de magnesio trihidrato, sea incorporado directamente al líquido a depurar, o de que se produzca in situ en el mismo, se puede someter el filtrado obtenido después de separar el sedimento, con el fin de seguir depurándolo, a un tratamiento con dióxido de carbono, después de lo cual, se vuelve a filtrar. Convenientemente se realiza esta nueva depuración, llevando a cabo el tratamiento con el dióxido de carbono hasta alcanzarse un valor pH de alrededor de 9, inmediatamente después de lo cual se rebaja el valor pH del material a alrededor de 7,5 con ayuda de ácido fosfórico o materias



222397

de acción similar, siendo entonces cuando se separa el  
sedimento formado. se obtienen muy buenos resultados, si  
durante todo el tratamiento, es decir, desde el momento  
de la incorporación del carbonato de magnesio o de las  
5 materias que lo formen, se mantiene el líquido a una tem-  
peratura de 80 a 85°C.

Esta forma de trabajo se ha acreditado es-  
pecialmente en el tratamiento de jugo bruto de azúcar,  
pero también en el tratamiento de jugo poco concentrado  
10 después de la primera o de la segunda saturación, obtenién-  
dose con ella tiempos de filtración, y extinciones especí-  
ficos excelentes, así como una pureza magnífica.

El invento será explicado a continuación  
con más detalle a base de ejemplos de realización para la  
15 depuración de jugo bruto de azúcar.

Los ejemplos 1 a 4 se refieren a la forma  
de realización del procedimiento de acuerdo con el inven-  
to, en la que el jugo bruto de azúcar, una vez tratado  
con cal o materias calizas - combinándose este tratamien-  
20 te, dado el caso con una acción de dióxido de carbono - a  
un valor pH de más de aproximadamente 10, con ayuda de  
carbonato de magnesio reaccionable o de materias que lo  
contengan, se carbonata a un valor pH de menos de 10,  
mientras se forma carbonato cálcico, después de lo cual  
25 se separa el sedimento formado.

Los ejemplos 5 a 8, se refieren a la forma  
de realización, según la cual el líquido que contiene azú-



222397

car , se ajusta a un valor pH de aproximadamente 8,5, preferentemente mediante adición de cal o de materias calizas, después de lo cual, y manteniéndose un valor pH constante de aproximadamente 8,5 a 9,5, es tratado con óxido de magnesio o materias que lo contengan - tales como magnesita calcinada, dolomía calcinada, o lechada de dolomía - así como, a efectos de formar carbonato de magnesio reaccionable, con dióxido de carbono, después de lo cual se agrega CaO ó lechada de cal, separándose el sedimento formado.

En el ejemplo 9 se describe la forma de realización del procedimiento de acuerdo con el invento, en la que el jugo bruto de azúcar es sometido primeramente a la acción de carbonato de magnesio reaccionable, siendo tratado a continuación con cal o materias calizas. La forma de realización descrita, puede ser aplicada a su vez también a jugos diluidos, después de la primera o de la segunda saturación.

Ejemplo 1:

Un jugo bruto de azúcar de 14° Brix., es separado previamente en el curso de 25 minutos, agregando lentamente 0,34% de CaO en forma de lechada de cal de 23° Bé. La separación previa se lleva a cabo a una temperatura de 45 a 50° C, hasta un valor pH de 10,8.

Una vez terminada la separación previa, se calienta el jugo lentamente a 80° C, se mezcla con una suspensión al 10% de lechada de dolomía activada en calidad



# 222397

de material que contiene carbonato de magnesio reaccionable, y después se filtra. La cantidad de lechada de dolomía incorporada, asciende a alrededor de 79 c.c. por litro.

La lechada de dolomía activada, se obtiene mediante la introducción de una mezcla de aire y dióxido de carbono con un contenido de  $\text{CO}_2$  de aproximadamente 12%, en una levigación acuosa de dolomía a medio calcinar con un contenido de 25% de  $\text{MgO}$ , a una temperatura no superior a 50°C. Por cada litro de levigación se consumen aproximadamente 165 l de la mezcla de aire y dióxido de carbono. La levigación contiene unos 100 g de dolomía a medio calcinar por litro. Debido a la adición de la lechada de dolomía o alternativamente a la carbonatación con el carbonato de magnesio reaccionable en ella contenido, desciende el valor pH del jugo a 9,6. En un ensayo comparativo se comprueba, que la velocidad de filtración del zumo es 32% mayor que la del mismo jugo después de una separación principal por los procedimientos usuales. Asimismo la extinción específica del jugo tratado por el procedimiento según el invento, es 29% mejor que la extinción del mismo jugo, sometido a la separación principal.

Se puede conseguir una mayor depuración, saturando el jugo, después de la filtración, con dióxido de carbono hasta un valor pH de 8,8, y extrayendo el sedimento precipitado por filtración.

### Ejemplo 2:

Un jugo de remolacha azucarera de 14° Brix



222397

se trata de la manera indicada en el Ejemplo 1 con lechada de cal, y después con carbonato de magnesio reaccionable en forma de lechada de dolomía activada, y con el fin de extraer el exceso de carbonato de magnesio inmediatamente después de la adición de la lechada de dolomía, se lleva a un valor pH de 10,2 mediante lechada de cal de 20<sup>o</sup> Bé; a continuación se extrae el precipitado formado, mediante filtración.

Ejemplo 3:

10 Un jugo bruto de remolacha azucarera de 14<sup>o</sup> Brix y una pureza de 86<sup>o</sup>, se somete de la manera en sí usual a una separación previa y una separación principal con cal, hasta un valor pH de alrededor de 12, después de lo cual se satura con dióxido de carbono hasta un pH de 10,8.

15 Al jugo tratado de este modo, se agrega después carbonato de magnesio reaccionable con un grado de humedad de 60% y en una cantidad de 5 g por litro de jugo de remolacha. Se mantiene el jugo durante tres minutos, mientras se agita, a una temperatura de 80<sup>o</sup> C; su valor pH después de este tratamiento (carbonatación) es de 9,5.

25 El carbonato de magnesio reaccionable se emplea en este caso en forma de torta de filtro, que se obtiene en el tratamiento de una levigación de óxido de magnesio en agua (alrededor de 1,6 l de agua por 100 g de MgO) con dióxido de carbono e inmediata filtración.

222397



El jugo carbonatado se ajusta con lechada de cal a un valor pH de 10,8, y después se filtra.

5 La velocidad de filtración del jugo es el doble que la del jugo no tratado con carbonato de magnesio reaccionable, sino tan sólo, según indicado más arriba, con cal, y saturado. Además, el jugo carbonatado de acuerdo con el invento, tiene un color de 22, una dureza (contenido de sales cálcicas por 100 Brix) de 34, y una depuración de 90,5%, frente a un color de 58, una dureza de 10 46 y una depuración de 88% en el jugo bruto tratado únicamente con cal y saturado.

Ejemplo 4:

Un jugo bruto de remolacha azucarera de 14% Brix con una pureza de 86% se trata de la manera indicada en el Ejemplo 3, con cal y a continuación, con 15 dióxido de carbono. Al jugo bruto en caliente, que tiene un valor pH de 10,8, se agrega entonces carbonato de magnesio reaccionable en forma de una levigación acuosa y activada de dolomía en una cantidad de alrededor de 7,6 g 20 de dolomía por litro de jugo, descendiendo por el efecto de carbonatación del carbonato de magnesio, el valor pH del jugo a 9,6. Al mismo tiempo se puede comprobar una fuerte decoloración del jugo.

25 La levigación activada de dolomía empleada, se obtiene de la manera siguiente:

Dolomía a medio calcinar, finamente molida y con un contenido de 71% de  $\text{CaCO}_3$ , 25% de  $\text{MgO}$  y 4% de



222397

impurezas, se dispersa en agua (por cada 100 g de dolomía, aproximadamente 1,5 l de agua), y en esta dispersión se hace entrar dióxido de carbono (aproximadamente 13,4 l de dióxido de carbono por litro de agua) en forma de una mezcla con aire con un contenido de  $\text{CO}_2$  de 30%. La temperatura no asciende a más de 35° C.

El jugo bruto tratado con la levigación, se mantiene durante 5 minutos, mientras se agita fuertemente, a una temperatura de 80° C, después se mezcla con lechada de cal hasta conseguir un valor pH de 10,4 con objeto de que precipite el carbonato de magnesio disuelto, y se filtra. El filtrado se satura entonces de la manera usual con dióxido de carbono.

Los datos del jugo bruto obtenido de acuerdo con el invento, en comparación con un jugo bruto tratado de la forma corriente con cal y dióxido de carbono, pueden verse en la tabla siguiente:

	Tratamiento corriente	Tratamiento según el invento	Mejora en %
Coefficiente de filtración	7	3,5	50
Extinción del color	58	22	62
Dureza (sales Ca/100 Brix)	46	34	26
Pureza	88	90,5	2,8



222397

Ejemplo 5:

Un jugo bruto de azúcar de 15° Brix, es ajustado a un valor pH de 8,8, a una temperatura de 40° C, mediante la adición en porciones de pequeñas cantidades de cal (en total unos 5 g de cal por litro). Después se agrega al jugo bruto, mientras simultáneamente se hace entrar dióxido de carbono (alrededor de 2,5 l/litro de jugo), dolomía calcinada (aproximadamente 7 g/litro de zumo), que además de 59% de CaO, contiene alrededor de 41% de MgO, haciéndose la adición en porciones tales, que el valor pH no pase en ningún momento de 9,5. La temperatura conveniente durante la formación del carbonato de magnesio reaccionable, asciende a 50° C.

El final de la saturación se determina con ayuda de lechada de cal de un contenido de CaO conocido. La determinación se hace de manera, que a una muestra medida del jugo saturado, se le va agregando lechada de cal, mientras se calienta a alrededor de 80 a 85° C, hasta que el valor pH sube a 10,4. Cuando el consumo de CaO a este respecto, con relación a partes en peso, asciende a alrededor de 1,4 veces la cantidad de MgO agregada al jugo, se puede considerar terminada la saturación; ello significa, que para un contenido de 2 g MgO/litro de jugo, una muestra de 100 c.c. puede consumir alrededor de 0,20 a 0,28 g de CaO.

Una vez formado el carbonato de magnesio reaccionable, se calienta el jugo a 85° C, y se extrae hidróxido de magnesio mediante precipitación, agregando



222397

cal (1 g/litro de jugo) a un valor pH de 10,4.

El jugo liberado del sedimento mediante filtración, ofrece los datos siguientes en comparación con el mismo jugo, que fué sometido de la manera usual a una separación previa y una separación principal con cal en cantidades de un total de 12,0 g de CaO por litro de jugo bruto, y después, a una saturación;

	Tratamiento corriente	Tratamiento según el invento
10 Tiempo de filtración en segundos/l de jugo	126	94
Extinción específica	32,0	20,8
Grado de dureza	16,8	11,8
Pureza	92,7	93,3
15 (Pureza del jugo bruto: 88,1)		

Ejemplo 6:

Un jugo bruto de azúcar de 15° Brix, se mezcla a una temperatura de 45°C con cal en porciones, hasta una cantidad total de 3 g/l, hasta que se alcanza un valor pH de 8,8. A continuación se agrega al jugo, mientras a la vez se hace entrar una mezcla de dióxido de carbono y aire, dolomía calcinada, que junto a 56% de CaO, contiene además alrededor de 44% de MgO, haciéndose la adición en porciones tales, que se mantenga constantemente un valor pH inferior a 9,3. En total se agregan alrededor de 1,7 g de dolomía por litro de jugo de azúcar. La temperatura durante la formación in situ del carbonato de magnesio reacciona-



13 JUN 19

222307

ble, ascende a 55<sup>o</sup> c.

A continuación se calienta el jugo a 90<sup>o</sup> C y se mezcla con aproximadamente 0,7 g/litro de jugo, hasta alcanzarse un valor pH de 10,8. Después de esto se agrega al jugo una suspensión al 10% (40 c.c. de suspensión por litro de jugo) de carbonato de magnesio reaccionable, en forma de mezcla obtenida a partir de dolomita a medio calcinar, con lo cual el valor pH desciende a 9,6. Calcificando posteriormente con pequeñas cantidades de cal (alrededor de 0,5 g/l) hasta un pH de 10,4, se extrae por precipitación el carbonato de magnesio sobrante.

El jugo, una vez filtrado para eliminar el sedimento, muestra los datos siguientes, en comparación con un jugo de la misma procedencia, que fué sometido de la manera usual a una separación previa y una separación principal con cal, en cantidades de un total de 12 g de CaO por litro de jugo bruto, y a continuación, a un tratamiento con dióxido de carbono:

	Tratamiento corriente	Tratamiento se- gún el invento
Tiempo de filtración en segundos/l de jugo	142	124
Extinción específica	43,1	23,6
Grado de dureza	17,0	16,0
Pureza	92,1	92,6

(Pureza del jugo bruto: 88,6).



1953

222397

Ejemplo 7:

5 Un jugo bruto de 15° Brix, se mezcla a una temperatura de 40° C con porciones de cal en cantidades de en total 2,5 g/litro de jugo, hasta alcanzarse un valor pH de 8,6. Después se agrega al jugo, mientras que a la vez se introduce dióxido de carbono y manteniendo una temperatura de 50° C, una levigación de dolomía calcinada (composición: alrededor de 58% de CaO y 42% de MgO), teniendo en cuenta, que el valor pH no debe pasar de 9,5.

10 Después de la formación in situ del carbonato de magnesio reaccionable, se ajusta el jugo a un valor pH de 10,7 mediante la adición de lechada de cal (aproximadamente 0,4 g/litro de jugo), y se mezcla con una  
15 suspensión al 10% de carbonato de magnesio trihidrato reaccionable (alrededor de 40 c.c./litro de jugo), con lo cual el valor pH desciende a 9,4. Una vez calcificada posteriormente con pequeñas cantidades de lechada de cal hasta un pH de 10,4 y de extraído el sedimento mediante filtración, el  
20 jugo ofrece los datos siguientes en comparación con un jugo de la misma procedencia, que fué tratado de la manera usual con 12 g de cal por litro de jugo, y después, saturado;



222397

	Tratamiento corriente	Tratamiento según el invento
Tiempo de filtración en segundos/l de jugo	132	119
5 Extinción específica	38,4	20,5
Grado de dureza	16,8	16,2
Pureza	91,8	92,1
(Pureza del jugo bruto: 87,9)		

Ejemplo 8:

10 Un jugo bruto de azúcar de 15° Brix, se trata con cal de acuerdo con las condiciones indicadas en el Ejemplo 7, se ajusta a un pH de 9,5 con ayuda de carbonato de magnesio formado in situ, y después se ajusta un valor pH de 12,0 mediante la adición de lechada de cal. El jugo se satura entonces con dióxido de carbono hasta un pH de 10,8 y el sedimento formado se extrae a continuación por filtración. El consumo de cal asciende en total a 10,5 g/litro de jugo.

15 La tabla siguiente proporciona una confrontación comparativa de los datos del jugo tratado de este modo, y de los datos de un jugo de igual procedencia, que fué tratado de la manera usual con alrededor de 12 g de cal por litro de jugo bruto.

	Tratamiento corriente	Tratamiento según el invento
25 Tiempo de filtración en segundos/l de jugo	126	80
Extinción específica	32,0	18,6
Grado de dureza	16,8	9,4
30 Pureza	92,7	93,3
(Pureza del jugo bruto: 88,1)		



222397

Ejemplo 9:

Un jugo bruto de azúcar se mezcla a una temperatura de 85° C con óxido de magnesio en una cantidad de alrededor de 4 g/l de jugo, después de lo cual se hace pasar dióxido de carbono, mientras se agita. Con ello el valor primitivo de pH desciende por lo pronto rápidamente hasta alrededor de 8,5 a 8,0, quedando inalterable durante 15 minutos (especialmente a una temperatura menor de 85° C, puede a veces observarse la formación de agujas de carbonato de magnesio trihidrato), para después descender rápidamente a 7,5. A este valor de pH queda terminada la introducción de dióxido de carbono. Mediante la adición de lechada de cal de 20° Bé, se ajusta después el jugo a un valor pH de 10,0 a 10,2, y se filtra la suspensión. Durante toda la operación debe mantenerse una temperatura de 80 a 85° C. El filtrado caliente es ajustado a continuación con dióxido de carbono a un pH de 9, y en una misma operación, sin filtración, a un valor pH de 7,5 con ayuda de ácido fosfórico o materias de acción similar, manteniéndose a 85° C. Se puede después filtrar inmediatamente. El sedimento es flocoulento, no pudiendo medirse el coeficiente de filtración, por ser ésta demasiado rápida.

En lugar de tratar el jugo bruto por separado con óxido de magnesio y dióxido de carbono, se le puede agregar también directamente carbonato de magnesio trihidrato; para ello son precisos estequiométricamente, en lugar de 1 g de óxido de magnesio, alrededor de 3,5 g de



222397

carbonate de magnesio trihidrate, si bien tanto la cantidad de carbonate de magnesio, como tambien la del oxido de magnesio, pueden fluctuar dentro de limites relativamente grandes, segun las circunstancias.

5

- O - N O T A - O -

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

5 1ª. - Un procedimiento para la depuración de líquidos, especialmente de líquidos que contengan azúcar, tales como jugo bruto de azúcar, caracterizado por incorporarse a los líquidos a depurar, carbonate de magnesio o materias que lo contengan, que son transformados en él en hidróxido de magnesio, después de lo cual se separan las impurezas precipitadas por la acción del hidróxido de magnesio presente en estado naciente.

10 2ª. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por incorporarse a los líquidos a depurar, un carbonate de magnesio de constitución esponjosa y de gran superficie, obtenido por la acción de dióxido de carbono o de gases que lo contengan sobre una levigación de óxido de magnesio finamente distribuido



1953

222397

e materias que lo contengan, tales como magnesia de agua de mar, hidrato de magnesia, magnesita, cal dolomítica o dolomía calcinada o a medio calcinar.

5 3ª. - Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por emplearse carbonato de magnesio reaccionable, que ha sido obtenido mediante tratamiento de una levigación acuosa - por ejemplo, una levigación en agua pura, en líquidos que contengan azúcar, o en las llamadas aguas azucaradas residuales -  
10 de óxido de magnesio finamente distribuido o materias que lo contengan, con dióxido de carbono o gases que lo contengan.

15 4ª. - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por emplearse carbonato de magnesio reaccionable, que se ha obtenido por transformación de una levigación de óxido o hidróxido de magnesio, o de materias que contengan estos compuestos, con dióxido de carbono o gases que lo contengan a un valor  
20 pH de 7,3 a 9,3, preferentemente de 8,5 a 8,8.

25 5ª. - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por emplearse carbonato de magnesio reaccionable, que se ha obtenido por transformación de una levigación de óxido o hidróxido de magnesio, o de materias que contengan estos compuestos, con dióxido de carbono o gases que lo contengan, a temperaturas de menos de 55º C.

6ª. - Un procedimiento de acuerdo con una



1955

222397

de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque en el material a depurar, se genera in situ carbonato de magnesio reaccionable, mediante la acción de dióxido de carbono o gases que lo contengan, sobre óxido de magnesio o materias que lo contengan.

5

7<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por agregarse a los líquidos a depurar, carbonato de magnesio reaccionable en forma de una levigación, especialmente en forma de la levigación que se produce durante la obtención.

10

8<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por agregarse a los líquidos a depurar, carbonato de magnesio reaccionable en forma seca.

15

9<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el carbonato de magnesio reaccionable se emplea en forma de carbonato de magnesio trihidrato ( $MgCO_3 \cdot 3H_2O$ ).

10<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el carbonato de magnesio reaccionable, se emplea en forma de carbonato de magnesio pentahidrato ( $MgCO_3 \cdot 5H_2O$ ).

20

11<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque a los líquidos a depurar, se les agrega además de carbonato de magnesio, también cal o materias calizas.

25



222397

12<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con una  
de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque un  
líquido que contenga azúcar, tal como jugo bruto de azúcar,  
una vez pasado por un tratamiento con cal o materias calizas,  
5 combinado, dado el caso, con la acción de dióxido de  
carbono, a un valor pH superior a aproximadamente 10,0,  
se carbonata con ayuda de carbonato de magnesio reacciona-  
ble o materias que lo contengan, a un valor pH de menos de  
10, convenientemente de 8,8 a 9,6, formándose carbonato  
10 cálcico, después de lo cual se separa el sedimento formado.

13<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con la  
reivindicación 12, caracterizado porque el líquido que  
contiene azúcar, tras una separación previa con alrededor  
de 0,25 a 0,5% de cal en relación con el material azucara-  
do de partida, o de las cantidades correspondientes de ma-  
terias calizas, se carbonata con ayuda de carbonato de mag-  
nesio reaccionable o de materias que lo contengan, a un  
valor pH inferior a 11,5, preferentemente a un valor pH de  
10,8, con formación de carbonato de calcio hasta conseguir-  
se un valor pH de menos de 10, convenientemente de 8,8 a  
20 9,6, después de lo cual se separa el sedimento formado.

14<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con la  
reivindicación 12, caracterizado porque el líquido que con-  
tiene azúcar, tras una separación principal llevada a cabo  
con cal o materias calizas hasta un valor pH de alrededor  
de 12, se satura con dióxido de carbono o gases que lo con-  
tengan, hasta un valor pH de aproximadamente 10,4 a 11,2,  
25



13  
**222397**

después de lo cual se carbonata hasta un valor pH de menos de 10, convenientemente de 8,8 a 9,6, con ayuda de carbonato de magnesio reaccionable o de materias que lo contengan, formándose carbonato cálcico, después de lo cual se separa el sedimento formado.

5  
15  
10  
15° - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 12 a 14, caracterizado porque el líquido que contiene azúcar, después de la carbonatación con ayuda de carbonato de magnesio reaccionable, y con el fin de extraer el carbonato de magnesio sobrante, se ajusta mediante la adición de lechada de cal a un valor pH de más de 10,0, preferiblemente de 10,2, y se separa el sedimento formado.

15  
15° - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 12 a 15, caracterizado porque los jugos obtenidos después de separar el sedimento, se neutraliza con ácidos, tales como dióxido de carbono o dióxido de azufre, separándose el sedimento formado.

20  
17° - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 12 a 16, caracterizado porque la carbonatación se lleva a cabo con ayuda del carbonato de magnesio reaccionable o de las materias que lo contengan, a una temperatura de aproximadamente 80° C.

25  
18° - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 12 a 17, caracterizado porque el carbonato de magnesio reaccionable se agrega a los líquidos que contienen azúcar, en cantidades que corresponden



222397

aproximadamente a 1 a 2% de MgO con respecto a la cantidad de azúcar.

5 19<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14, caracterizado porque el líquido que contiene azúcar, previamente tratado, se filtra antes de agregársele el carbonato de magnesio o las materias que lo contengan.

10 20<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, caracterizado porque el líquido que contiene azúcar, es ajustado, preferentemente mediante la adición de cal o de materias calizas, a un valor pH de alrededor de 8,5, y después, manteniendo un valor pH constante de alrededor de 8,5 a 9,5, se trata con óxido de magnesio o materias que lo contengan, tales como magnesia calcinada, dolomía calcinada o lechada de dolomía, así como con dióxido de carbono, con el fin de formar carbonato de magnesio reaccionable, después de lo cual se agrega al líquido que contiene azúcar, CaO ó lechada de cal, y se separa el sedimento formado.

20 21<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 20, caracterizado porque la solución que contiene azúcar, es tratada a un valor pH constante de alrededor de 8,5 a 9,5, preferentemente 8,8, y a una temperatura inferior a 55<sup>a</sup>, con hidrato de dolomía o una  
25 mezcla de lechada de cal y lechada de hidróxido de magnesio, y al mismo tiempo, con dióxido de carbono o gases que lo contengan, después de lo cual el carbonato de mag-



222397

nesio reaccionable formado, es transformado, bajo calentamiento, mediante la adición de lechada de cal, hasta un valor pH de 10,0 a 10,8, preferiblemente de alrededor de 10,2, separándose a continuación el sedimento formado.

5                   22<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 20 a 21, caracterizado porque después de la formación del carbonato de magnesio reaccionable con ayuda de dióxido de carbono, se agrega al líquido que contiene azúcar, CaO ó lechada de cal, hasta alcanzarse un valor pH de alrededor de 10,0 a 10,8, carbonatándose a continuación el líquido mediante la adición de carbonato de magnesio reaccionable, convenientemente en forma de una levigación, después de lo cual, una vez agregada cal o materias calizas, preferentemente hasta un valor  
10                   pH de alrededor de 10,4, se separa el sedimento formado.  
15

                  23<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 20, caracterizado porque después de la formación del carbonato de magnesio reaccionable con la ayuda de dióxido de carbono, se agrega al líquido que contiene  
20                   azúcar, CaO ó lechada de cal, hasta un valor pH de alrededor de 12, y después se hace pasar dióxido de carbono, hasta alcanzarse un valor pH de alrededor de 10,8, separándose después el sedimento formado.

                  24<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 20 a 23, caracterizado porque la  
25                   transformación del carbonato de magnesio reaccionable for-



222397

mado, con  $\text{CaO}$  ó lechada de cal, se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente  $80^{\circ}\text{C}$ .

5 25<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque el líquido a depurar, especialmente un líquido que contenga azúcar, tal como jugo bruto de azúcar, se trata con carbonato de magnesio o materias que lo contengan, después de lo cual se agrega cal o materias calizas hasta un valor pH de alrededor de 10,0 a 10,2, y se separa el sedimento formado.

10

15 26<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 25, caracterizado por incorporarse al líquido a tratar, óxido de magnesio o materias que lo contengan, después de lo cual, con el fin de formar carbonato de magnesio reaccionable, se hace pasar dióxido de carbono hasta que el valor pH descienda a alrededor de 7,5, a continuación de lo cual se agregan la cal o las materias calizas, especialmente lechada de cal, y se separa el sedimento formado.

20 27<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 25 ó 26, caracterizado porque el filtrado obtenido después de la separación del sedimento, se somete a un tratamiento con dióxido de carbono, después de lo cual se filtra de nuevo.

25 28<sup>a</sup>. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 27, caracterizado porque el tratamiento con dióxido de carbono se lleva a cabo hasta alcanzarse un valor



13

900397

pH de aproximadamente 7,5, después de lo cual se separa el sedimento formado.

5 29º. - Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 25 a 28, caracterizado porque el tratamiento del líquido a depurar, se realiza a una temperatura 80 a 85º C.

30º. - Un procedimiento para la depuración de líquidos.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de treinta y seis hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 13 JUN 1955  
P. S.

Alberto de Elzaburu  
Por D. Elzaburu