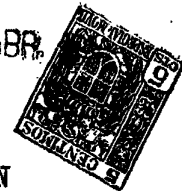


8 ABR.



PATENTE DE INVENCION

B.732

**248501**

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

" Procedimiento de fabricación del magnesio "

=====

Solicitante: LE MAGNESIUM THERMIQUE (MAGNETHERM), entidad francesa  
residente en: 195 rue du Faubourg Saint-Honoré, PARIS,  
Francia.

=====

Ya se ha propuesto efectuar la reducción de la magnesia, o de cuerpos que la contienen, dentro de un horno eléctrico conteniendo escoria en estado líquido, en cuya superficie se derrama la magnesia o los cuerpos que la contienen y el reductor escogido. El calor necesario se obtiene por pasajes de corriente eléctrica en la escoria líquida, cuya conductibilidad eléctrica se utiliza a la temperatura de reacción.

5.

Se ha tratado de realizar la reacción de reducción en la magnesia disuelta en el interior de la escoria

10.



líquida, pero se ha obtenido en el condensador un metal manchado con un rendimiento demasiado débil para que el procedimiento resulte industrial.

5. Recientemente, se ha tratado de evitar estos inconvenientes introduciendo dentro del horno cargas pulverulentas, donde el reductor y el cuerpo conteniendo magnesia estaban íntimamente mezclados. Estas cargas se introducían en cantidades calculadas para solidificar parcialmente con su contacto la superficie de la escoria,
10. de manera de realizar la totalidad de la reducción en fase sólida en la mezcla pulverulenta. Pero una cantidad no despreciable de polvo estaba arrastrada por los vapores de magnesio y venían a manchar el metal en el condensador.

15. La presente invención, que resulta de las búsquedas de los señores Jean ARTRU y Jacques MARCHAL, concierne a un procedimiento de fabricación electro-térmica del magnesio por reducción, con la ayuda de ferrosilicio, de magnesia, o de dolomía calcinada, en
20. el interior de una escoria líquida de composición determinada, de manera de permitir una utilización tan profundizada como posible de la magnesia disuelta en la escoria evitando al mismo tiempo las reacciones carbotérmicas que provocan el peso de impurezas en
25. el condensador.

30. Se ha comprobado que la agregación de alúmina o de su producto que contiene era indispensable, al menos en cierta proporción. Esta agregación permite obtener una escoria suficientemente fusible y disminuye la temperatura de equilibrio de la reacción a consecuencia

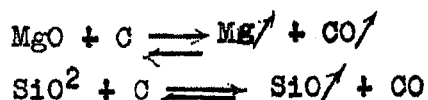


del calor de formación del silicoaluminato. La reacción resulta entonces la siguiente:



La ausencia, o un contenido demasiado débil de

5. alúmina en la escoria permite a una de las reacciones señaladas más arriba de producirse:



y se obtiene el enfriamiento sobre el condensador:

10.  $\text{Mg} + \text{CO} \longrightarrow \text{MgO} + \text{C}$   
 $\text{Mg} + \text{SiO} \longrightarrow \text{MgO} + \text{Si}$

El metal obtenido está así manchado de magnesio, de carbono y de silicio.

15. Según la presente invención, se arregla la composición de las cargas de manera a obtener una escoria que corresponda a las relaciones moleculares siguientes:

$$\begin{aligned} \frac{\text{CaO}}{\text{SiO}^2} &> 1,8 \\ \frac{\text{Al}^2\text{O}^3}{\text{SiO}^2} &> 0,26 \end{aligned}$$

20. Adoptando una temperatura de reacción de unos 1500° C. y una presión comprendida entre 5 y 20 milímetros de mercurio, se puede así disminuir hasta un 3 % la dosis de residuos de magnesia de la escoria líquida sin provocar la formación de depósitos posos indeseables al condensador.
- 25.

Se utiliza como reductor ferrosilicio rico de 70-80 % Si o silicio de más de 97 % Si, que aporta menos hierro. Se puede igualmente utilizar un ferro-silicoaluminio. Se evita que descienda el contenido de silicio del ferrosilicio residual más abajo

30.



de la composición FeSi, es decir de 33,5% de silicio. Para continuar la reducción, sería necesario aumentar la temperatura, cosa que haría reaparecer las reacciones secundarias ya que la carbotermia podría entonces producirse.

5.

La presencia de alúmina en la escoria evita también la formación de SiO por reducción de SiO<sup>2</sup> por el silicio.

10.

Se puede reemplazar la alúmina en su totalidad o en parte por la arcilla, añadiendo, si es necesario, un fundente para rebajar el punto de fusión de la escoria, por ejemplo spath-fluor.

15.

El magnesio elaborado se conduce hacia un condensador dispuesto de manera que permita la condensación líquida del magnesio, su chorreo y su reunión en un crisol en el cual puede conservarse líquido, pero en una forma de ejecución preferida de la presente invención, este crisol se enfria de manera que el magnesio que contiene resulte en estado sólido. Así se obtiene un mejor rendimiento de condensación.

20.

Cuando las primeras materias (dolomia calcinada o concrecionada y ferrosilicio) se introducen en granos en la escoria, la reacción pasa en fase líquida. Se introducen entonces la dolomia y el reductor en granos de unos 2 a 20 milímetros, y de preferencia de 5 a 15 milímetros.

25.

La dolomia calcinada o concrecionada absorbe CO<sup>2</sup> y humedad durante su enfriamiento y durante su almacenamiento. En el momento que se cargan los granos en la escoria líquida a 1500° C, se produce una violenta

30.



emanación gaseosa que impulsa hacia el condensador partículas de metal reductor que manchan el magnesio.

Es preferible entonces realizar la introducción de las primeras materias en dos periodos: en el primer

5. periodo, la dolomia calcinada y la alúmina (introducida en su forma comercial) se disuelven en la escoria, en el segundo periodo la adición de ferro-silicio causa la elaboración del magnesio. Tambien se pueden introducir todas las materias simultáneamente si
10. se ha tomado la precaución de utilizar la dolomia caliente a la salida del horno de calcinación o de filtraje sin dejarla enfriar más abajo de 800° C. por ejemplo.

El horno de reducción puede ser trifásico o monofásico. La disposición monofásica es la más simple y la más económica para unidades capaces de una producción diaria de una tonelada. La solera del horno, de carbono amorfo, constituye entonces uno de los electrodos. Otro electrodo intercambiable hace frente a la solera.

15. La cámara de condensación es movable y comprende al mismo tiempo el condensador y el crisol de recepción del magnesio líquido. Se adapta al condensador dispositivos de calefacción por resistencia eléctrica.
- 20.

La figura representa una forma de ejecución que dá satisfacción. (1) es el revestimiento lateral en carbono (2) el revestimiento refractario y calorífugo; (3) la cubierta exterior impermeable en chapa de acero; (4) es el fondo en carbono y (5) la salida de la corriente; (6) la boca de fundición que permite evacuar periodicamente el ferrosilicio pobre en silicio residual y el exceso de escoria líquida. Cuando el horno

25.

30.



funciona, esta boca de fundición está cerrada de manera estanca por medio de un dispositivo (7).

5. La bóveda contiene un revestimiento aislante y calorifugo (8). El orificio de gran sección (9) constituye la tobera permitiendo a los vapores de magnesio que se dirijan hacia la cámara de condensación. La tubuladura axial (10) permite el pasaje del electrodo vertical (11), constituido de un manguito de grafito (12) continuamente sumergido en la escoria líquida, puesto a la extremidad inferior de un tubo de cobre de circulación de agua. Tres tubuladuras (13) permiten la introducción de materias reaccionales. (14-14) es el nivel superior máximo de la escoria líquida y (15-15) el nivel inferior mínimo de la misma escoria.

15. La cámara de condensación se compone de dos partes principales: el condensador propiamente dicho y el crisol de recepción de magnesio.

20. El condensador contiene, del interior hacia el exterior, un resistor (16), una virola de chapa de acero (17) una virola de chapa de acero (18) llevando la tubuladura de aspiración de las bombas de vacío (20), una virola de chapa de acero estanco al vacío, formando la pared exterior del condensador (19).

25. El resistor eléctrico es amovible y constituye el tapón superior del condensador. El conjunto del condensador está realizado en dos piezas desmontables, para permitir la limpieza.

30. El empalme al horno se realiza por medio de la brida (21) que contiene circulaciones de agua de enfriamiento, como todas las bridas del horno.



Pares termo-eléctricos permiten medir la temperatura en diferentes puntos , y por conducto de reguladores de temperaturas, mantener éstas con valores determinados.

5. El zócalo de recepción recibe el magnesio condensado líquido sobre la pared (17). El crisol (22), de chapa de acero soldada, se enfria por ejemplo por aspersion de agua en (23).

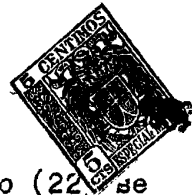
10. La alimentación eléctrica comporta un conjunto transformador-autotransformador que permite una variación continua de la tensión (o discontinua con variaciones muy débiles). Esta disposición es indispensable para controlar la potencia del horno en todo momento, y por la misma, el desarrollo de la reacción de elaboración del magnesio.

15. Los ejemplos que siguen, que en nada son restrictivos, permitirán comprender mejor la invención.

EJEMPLO 1.

20. El nivel de la escoria dentro del horno de reducción habiendo estado llevado a su nivel inferior (15 - 15) después del chorreo de la escoria consecutiva a la elaboración anterior, se adapta al horno una cámara de condensación.

25. El conjunto horno de reducción - cámara de condensación, está entonces puesto bajo vacío parcial. Durante esta puesta bajo vacío - desgasificación de los materiales - la virola (17) del condensador propiamente dicho se lleva a la temperatura de 675°, después mantenida a esta temperatura por medio de un regulador que
30. tiene acción sobre el resistor eléctrico (16).



El crisol de recepción del magnesio (22) se enfria por aspersion en (23).

5. La temperatura de la escoria siendo de 1500° C. dentro del horno de reducción y la presión regularizada a 10 mm. de mercurio, se empiezan a enhornar las materias reaccionales.

La escoria antes de haber enhornado las primeras materias tiene la siguiente composición.

- CaO = 54,5 %
- 10. - SiO<sup>2</sup> = 28,2 %
- Al<sup>2</sup>O<sup>3</sup> = 15,0 %
- MgO = 2.3 %

La mezcla reaccional tiene la siguiente composición :

- Ferrosilicio - Granos 5/15 mm. - dosis 80 % Si = 14%
- 15. - Dolomia calcinada - Granos 5/15 mm. - dosis 37 % MgO = 77%
- Alúmina pulverulenta = 9%

Las tolvas de alimentación, que son tres, contienen en total 15.000 kgs. de mezcla reaccional, o sea:

- dentro de la primera tolva: 2.100 kgs. de ferrosilicio a  
20. 80 % Si
- dentro de la segunda tolva: 11.550 kgs. de dolomia calcinada  
a 37 % MgO.
- dentro de la tercera tolva: 1.350 kgs. de alúmina.

25. Cada tolva está puesta bajo un vacío de 10.mm. Hg. y contiene un sistema de alimentación automático e impermeable que permite la introducción dentro del horno de las diferentes primeras materias, sea simultáneamente, sea sucesivamente, a la cadencia que se desea.

30. En el ejemplo escogido, se introduce en el tiempo 0: 13,500 kgs. de alúmina y 115,500 kgs. de dolomia calcinada. Al cabo



de 6 minutos, 10,500 kgs. de Fe/Si a 80 % y 3 minutos después, de nuevo 10,500 kgs. de Fe/Si 80 %.

El sistema de alimentación automático permite repetir todos los 12 minutos esta cadencia.

5. Cuando la mitad de la carga se ha introducido dentro del horno, se para el sistema de alimentación.

El horno se pone a la presión atmosférica con introducción de gas neutro (Argon por ejemplo). La escoria que ha obtenido dentro del horno el nivel (14-14) se lleva al

10. nivel (15 - 15) agujereando el orificio de chorreo (6).

Los residuos de ferrosilicio se evacuan al mismo tiempo que la escoria y se separan de esta última.

Los residuos de ferrosilicio pueden utilizarse, por ejemplo, como desoxidante del acero. El conjunto horno-

15. condensador que se ha mantenido en argón durante la operación del chorreo de la escoria se vuelve a poner bajo vacío y se empieza la segunda parte de la operación.

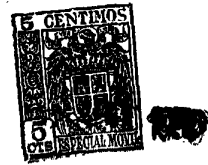
La alimentación de las primeras materias se hace a la misma cadencia que durante la primera parte.

20. Al cabo de 22 horas, la operación de reducción está terminada, el horno se pone a la presión atmosférica se retira del horno la cámara de condensación que se desmonta en sus elementos. Los residuos de ferrosilicio y el exceso de escoria se evacuan por el orificio (6) como

25. después de la primera parte.

El crisol (22) que contiene todo el magnesio condensado líquido en la pared (17) o sólido dentro del propio crisol, se transporta a la fundición, y el <sup>está</sup> magnesio/refinado y la colada hecha en lingotes.

30. Se obtienen 2.050 kgs. de magnesio de lingotes,



lo que representa un rendimiento de 80 %.

Se recogen, en toda la operación, de una parte unos 11.850 kgs. de escoria a 2,3 % MgO y de otra parte, 885 kgs. de residuo de ferrosilicio a 35 % de silicio.

5. Una cámara de condensación se vuelve a poner en su sitio encima del horno.

Se pone el horno bajo vacío, se llenan las tolvas de alimentación de mezcla y se procede a una nueva operación.

10. El tiempo total entre el principio de dos operaciones es de 24 horas.

La productividad del horno es de 2 toneladas por día.

EJEMPLO 2 -

15. Se opera de la misma manera que en el primer ejemplo, pero la alúmina de la carga se introduce en su totalidad antes del comienzo de cada media operación mientras se pone bajo vacío.

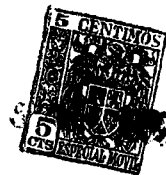
20. La dolomia calcinada y el ferrosilicio 80 % se introducen a la cadencia indicada en el primer ejemplo.

Así se obtiene un magnesio que contiene en silicio y en aluminio dosis muy débiles.

25. El metal obtenido en el procedimiento que constituye el objeto de la invención corresponde al siguiente análisis:

- |     |                 |                 |
|-----|-----------------|-----------------|
| 30. | - Silicio ....  | 0,005 a 0,020   |
|     | - Aluminio .... | 0,004 a 0,010   |
|     | - Hierro .....  | 0,002 a 0,015   |
|     | - Manganeso ... | 0,01 a 0,1 %    |
|     | - Magnesio .... | 99,97 a 99,85 % |

248501



El manganeso proviene de la dolomia utilizada.

Según el procedimiento anterior la temperatura de reacción está comprendida entre 130° C. a 170° C., y la baja presión es superior a 1,5 mm. de mercurio.

5.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle,

10.

en cuanto no alteren su principio fundamental. Tambien se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con fecha 9 de abril de 1958, nº 762.671, acogándose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales

15.

en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento de fabricación del magnesio"; caracterizándose por lo siguiente:

20.

1º.- Procedimiento de fabricación del magnesio por acción electrotérmica bajo vacío, de un reductor metálico sobre la magnesia o una materia que contiene en el interior de una escoria líquida principalmente compuesta de cales de silicio y de alumina caracterizado porque se respetan las relaciones moleculares siguientes:

25.

Número de moléculas de CaO	→	1,8
Número de moléculas de SiO <sub>2</sub>		
Número de moléculas de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	→	0,26
Número de moléculas de SiO <sub>2</sub>		

30.

2º.- Procedimiento, según reivindicación 1, caracterizado porque la carga introducida en la escoria



- 13 - 248501



9<sup>a</sup>.- Procedimiento de fabricación del magnesio; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

Esta memoria consta de trece hojas, escritas a

5. máquina por una sola cara.

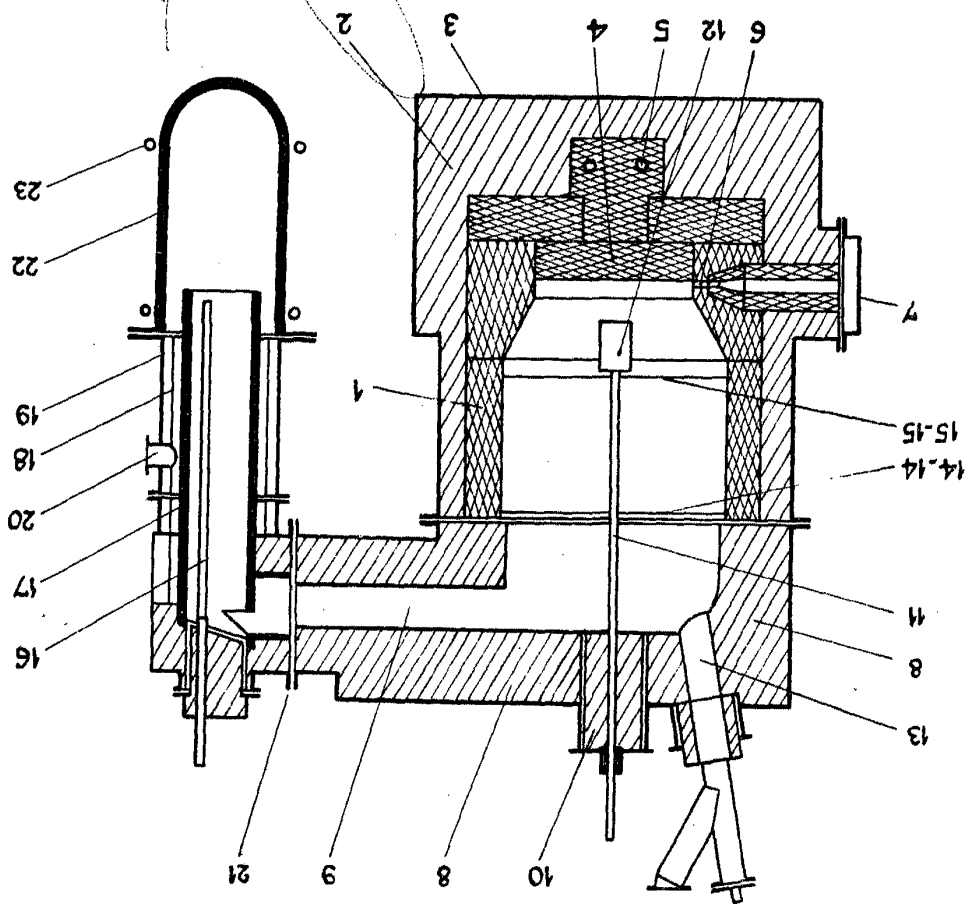
Madrid

- 8 ABR 1959

LE MAGNESIUM THERMIQUE (MAGNETHERM).

RECEIVED

Handwritten scribbles and faint text, possibly including the name "H. H. H. H." and other illegible markings.



8 28

248504

REPRODUCED FROM THE ORIGINAL DRAWING