

28 NOV. 1963

P.- 25.374

AJH/496 (Spain)



1963

291953

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

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

formulada el 25 de Septiembre de 1963, con el nº 291.953

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de ALUMINIUM LABORATORIES LIMITED, entidad canadiense, establecida en 1, Place Ville Marie, Montreal, Quebec, Canadá, por:

"METODO DE PREPARAR UN PRODUCTO DE HIDROXIDO DE MAGNESIO"

-----

Esta invención se refiere a un producto de hidróxido magnésico y a un método para producir el mismo. En un sentido particular, la invención se refiere a la obtención de hidróxido magnésico en una forma que se caracteriza por una reactividad inusitadamente alta y por una sinterización notablemente superior, así como por otras propiedades.

La magnesia (es decir el óxido de magnesio, MgO) se emplea mucho como material refractario incorporándolo a ladrillos para hornos de solera, para convertidores de



afinado por oxigenación, y similares, y a otros tipos de productos refractarios tales como mezclas para apisonar, mezclas para aplicar a pistola y cementos plásticos. Para estas finalidades, es necesario que la magnesia esté en la llamada forma reticular de periclusa y que tenga una densidad aparente de por lo menos aproximadamente 3,2 medida por el método conocido de inmersión en queroseno.

En la práctica comercial está periclusa de gran densidad se produce usualmente tanto a partir de magnesias (ordinariamente en forma dividida y derivadas por ejemplo de la magnesita o brucita natural) o a partir de una suspensión de hidróxido de magnesio preparada por precipitación desde agua de mar o salmueras ricas en sales de magnesio. Estos materiales de partida se convierten en magnesia periclusa mediante una operación de calcinación a temperatura elevada (a que se hace referencia comúnmente como "calcinación a muerte"), la cual se lleva a cabo convenientemente, en un horno rotatorio usual para facilidad y conveniencia de la operación. Algunas veces se prefiere formar briquetas con el material de partida antes de la calcinación a muerte; esta operación de formación de briquetas al proporcionar un íntimo contacto entre las partículas, favorece su conversión completa en periclusa y aumenta la acción sinterizante necesaria para obtener un producto que tenga una elevada densidad aparente. La forma en briquetas de la periclusa resultante facilita también la reducción regulada hasta la gradación precisa del tamaño de partículas necesaria para la preparación de productos refractarios de gran calidad.

En los procedimientos conocidos se encuentran di



versas dificultades e inconvenientes. Por ejemplo, la formación de briquetas con los materiales de partida requiere la aplicación de presiones que se aproximan a los 2.800 kg/centímetro cuadrado y, por lo tanto, se necesita el uso de prensas especiales para la formación de briquetas a presiones elevadas; además, el material de partida de hidróxido de magnesio de que se dispone comercialmente, no puede ser formado en briquetas como tal, sino que debe ser secado y ligeramente calcinado para lograr su conversión en magnesia antes de formar las briquetas. Tanto si se forman briquetas como si no, el alcanzar una densidad aparente aceptable en la periclasa después de calcinada (es decir igual o por encima de 3,2), exige de ordinario "calcinar a muerte" a una temperatura por encima de los 1650°C. Además, para alcanzar una densidad aparente de 3,4 ó más después de calcinada, como se necesita para los usos particulares de la periclasa, es necesario tanto proporcionar una temperatura de calcinación a muerte de más de aproximadamente 1.750°C que está próxima al límite superior de temperatura que puede obtenerse en un horno rotatorio, o añadir un agente de sinterización al material antes de "calcinar a muerte".

Estas dificultades son particularmente acusadas cuando el material a convertir en periclasa es de una pureza muy elevada, como por ejemplo el que tiene un contenido de 96% de magnesia o más sobre una base calcinada (es decir después de "calcinar a muerte"). La formación de briquetas con estos materiales solamente puede ser realizada en condiciones de temperatura elevada incluso a las grandes presiones mencionadas arriba. Por otra parte,

291953



la producción de periclusa conteniendo por lo menos un  
96% de magnesia y teniendo una densidad aparente de por  
lo menos 3,4 como conviene para ciertas finalidades, re-  
quiere una temperatura de calcinación a muerte considera-  
blemente en exceso del límite superior arriba mencionado  
para el equipo de horno rotatorio. Por lo tanto, debe ser  
5 empleado otro equipo menos conveniente (tal como un horno  
de cuba) para alcanzar este producto de gran densidad par-  
tiendo de un material de gran pureza, a menos que se re-  
duzca el requerimiento de temperatura, introduciendo un  
10 agente de sinterización con el consiguiente perjuicio pa-  
ra la pureza del producto.

La presente invención en un sentido general, se  
refiere a la obtención de una forma de hidróxido magnésico  
que tiene una reactividad inusitadamente alta, así como  
15 propiedades notablemente superiores para la formación  
de briquetas y para la sinterización, que lo hace espe-  
cialmente ventajoso para utilizarlo como material de par-  
tida en la producción de periclusa (evitando las dificul-  
tades mencionadas arriba) así como para una diversidad de  
20 otras finalidades. La invención abarca además y en parti-  
cular el descubrimiento de que se obtiene el hidróxido  
magnésico en esta forma y con las propiedades preceden-  
tes, hidratando magnesia que ha sido parcialmente recris-  
talizada en una etapa de calcinación efectuada en condi-  
25 ciones eficaces para llevar la magnesia por lo menos en  
parte al estado en el que predomina la red de periclusa,  
y para producir en ella algún crecimiento del cristal.

El producto de hidróxido magnésico de la inven-  
30 ción es un material finamente dividido de un carácter apa

29: 203



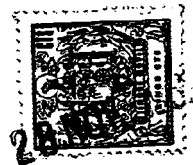
rentemente cristalino, que consiste en partículas de hidróxido de magnesio que pasarán a través de un tamiz de tamaño de abertura 44 micras, es decir partículas de 44 micras o de tamaño más pequeño. Sobre la base del presente entendimiento y de la presente interpretación de las micrografías electrónicas, se cree que estas partículas de hidróxido magnésico son de configuración angular y rugosa y que por lo menos en algunos casos, son aglomerados de subpartículas todavía más pequeñas; el término "partícula" se utiliza aquí para incluir partículas que en microestructura son por sí mismas aglomerados. Debido al pequeño tamaño de partícula, esta forma de hidróxido magnésico puede ser bombeada en estado seco, facilitando su manipulación. Adicionalmente, este producto 44 micras o menos se caracteriza, además, por las ventajas especiales para la producción de periclasa mencionadas en general arriba.

Así, en particular, el hidróxido magnésico en la presente forma puede ser directamente formado en briquetas con prensas para la formación de briquetas usuales que trabajan a una presión comparativamente baja (mientras que otras formas de hidróxido magnésico deben ser convertidas en magnesia antes de formar las briquetas, pudiendo ser formadas a continuación en briquetas satisfactorias que resisten el uso a que se destinan sólo para presiones elevadas, como se ha mencionado arriba). Es decir, que la presente forma de hidróxido magnésico no sólo puede ser formada en briquetas directamente, sino que esto puede realizarse a presión ventajosamente bajas. Aunque es imposible determinar la verdadera presión producida en una



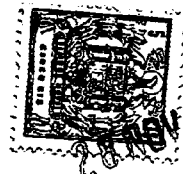
prensa comercial para la formación de briquetas (en la cual el material que ha de formarse en briquetas es densificado entre rodillos que tienen cavidades acopladas para conformar las briquetas), se puede determinar la presión necesaria para formar un material en briquetas que no se deshagan, densificando el material en una prensa de laboratorio de tipo de émbolo o pistón utilizada para preparar cuerpos cerámicos, por ejemplo tal como la prensa modelo CT 709 fabricada por la Soil Test Incorporated. Se ha descubierto específicamente que el presente producto de hidróxido de magnesio puede ser formado directamente en briquetas satisfactorias en una prensa de este último tipo, a una presión no mayor de aproximadamente 2.100 kg/cm<sup>2</sup>. Como se apreciará este valor de la presión de la formación de briquetas medido en una prensa de laboratorio como ésta, es una medida verdadera de una propiedad del material.

Se ha descubierto además que en la "calcinción a muerte" de la presente forma de hidróxido de magnesio, se favorece la formación de periclasa y el crecimiento del cristal a temperaturas más bajas que en la calcinción a muerte de los materiales de partida usuales, de tal manera que se consigue una densidad aparente de 3,2 ó mayor para temperaturas de calcinción a muerte sustancialmente inferiores a los 1.650°C (por ejemplo por debajo de 1.375°C); en particular, la magnesia periclasa de una densidad aparente muy grande (3,4 ó mayor) y de una porosidad aparente muy baja, se puede obtener fácilmente a partir de esta forma de hidróxido de magnesio, calcinando a muerte por ejemplo a temperaturas no mayores de aproxima-



damente 1.650°C, por debajo del límite de temperatura superior del equipo de horno rotatorio usual. En relación con esto puede explicarse que la "densidad aparente" de un material es su masa por unidad de volumen incluyendo el volumen ocupado por los poros cerrados; la densidad aparente de la periclasa puede ser determinada aproximadamente, utilizando técnicas de inmersión en queroseno, pudiendo ser medida más exáctamente con un picnómetro de aire. Recíprocamente, "porosidad aparente" es el porcentaje del volumen total del material ocupado por los poros cerrados (mientras que la porosidad verdadera es el porcentaje de volumen ocupado por los poros cerrados y abiertos). La "densidad en masa" es menor que la "densidad aparente", siendo la masa por unidad de volumen que incluye el volumen ocupado por los poros cerrados y abiertos; la densidad en masa puede ser determinada de manera aproximada mediante técnicas de inmersión en mercurio. Todos los valores de densidad expresados aquí, lo están en gramos por centímetro cúbico.

En sus aspectos más específicos la invención se refiere en particular a un producto de hidróxido de magnesio en la forma descrita, que tiene una pureza muy elevada (por ejemplo un contenido de por lo menos aproximadamente 96% de magnesia sobre una base calcinada), y a un método para obtener este producto de alta pureza. El producto puede ser formado en briquetas a las presiones bajas mencionadas arriba (es decir a no más de aproximadamente 2.100 kg/centímetro cuadrado), sin que sean necesarias condiciones de temperatura especiales. Además, puede ser convertido en periclasa de gran pureza con una "densi



dad aparente" por encima de 3,2 y una baja "porosidad aparente", por "calcincación a muerte" a temperaturas sustancialmente inferiores a los 1.650°C, alcanzando a una temperatura de "calcincación a muerte" de 1.650°C aproximadamente una "densidad aparente" de 3,4 ó más que excede incluso en algunos casos de 3,5 (y se aproxima así al valor máximo teórico de densidad aparente de la periclasa de 3,58). En otras palabras, a partir de este material se puede producir fácilmente periclasa de gran pureza y de una densidad aparente muy alta y de baja porosidad, mediante "calcincación a muerte" directa en un horno rotatorio a temperaturas convenientemente bajas, sin contaminación por la adición de agentes de sinterización. Como es natural, se entiende que la forma de hidróxido de magnesio proporcionada por la presente invención puede ser utilizada también ventajosamente para una diversidad de otras finalidades, debido a sus inusitadas propiedades mencionadas arriba.

Como se ha mencionado arriba, la presente forma de hidróxido magnésico es una agregación cristaliza de aglomerados o partículas de tamaño de malla de -44 micras, que se cree que tienen una configuración angular y rugosa. Esta configuración rugosa de las partículas favorece una estructura trabada con un contacto de línea con línea entre partículas (es decir en una extendida área de superficie de contacto entre partículas) cuando las partículas se densifican juntas. En contraste, el hidróxido magnésico precipitado, por ejemplo, del agua de mar forma conglomerados suavemente redondeados, que dan como resultado un contacto punto con punto más bien que un contacto línea



con línea entre partículas. Se cree que la facilidad con que la presente forma de hidróxido magnésico puede ser formada en briquetas, es atribuible a esta característica de contacto de línea con línea. Se cree también que la conversión de este hidróxido de magnesio en periclasa de gran densidad aparente y de baja porosidad, a temperaturas de calcinación a muerte ventajosamente bajas, es debida al área de contacto entre partículas grandemente aumentada que proporciona la estructura entrelazada y al carácter de línea con línea del contacto mencionado arriba (y en particular a que resulta de una rápida sinterización en estado sólido originada por este contacto de línea con línea), ya que la densidad aparente de la periclasa producida es una función no sólo del tiempo y de la temperatura, sino también del área de contacto entre las partículas tratadas.

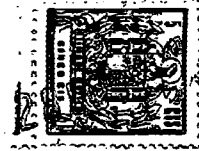
El método de producir esta forma de hidróxido de magnesio de acuerdo con la presente invención, puede emplear como material de partida magnesia o un compuesto que pueda ser convertido en magnesia por calcinación. Ejemplos de estos últimos compuestos son el hidróxido magnésico (por ejemplo como el que procede de agua de mar o de salmuera, o en la forma mineral que se da en la naturaleza conocida como "brucita") y carbonato de magnesio (por ejemplo como el mineral "magnesita"). El material de partida es proporcionado preferentemente en forma gramular.

Este material se somete inicialmente a una etapa de calcinación eficaz para producir magnesia en un estado de producción por lo menos parcial de periclasa, es



decir magnesia que ha sido llevada por lo menos en parte al estado en que predomina la red de periclusa, y en el cual ha tenido lugar algún crecimiento del cristal. Esta etapa de calcinación implica calentar la magnesia hasta una temperatura por encima de los 815°C (por ejemplo en un margen comprendido entre aproximadamente 815°C y aproximadamente 1.485°C). Se prefiere especialmente emplear una temperatura de calcinación de por lo menos aproximadamente 925°C, habiéndose encontrado que las temperaturas de calcinación del valor último y por encima de éste, tienen importantes ventajas económicas y de otra índole, especialmente para permitir alcanzar un porcentaje de recuperación muy elevado del producto final de hidróxido de malla -44 micras, como se explica a continuación más exactamente. Un margen práctico de temperaturas de calcinación que se prefiere actualmente para la ejecución del presente método, está comprendido entre aproximadamente 980°C y aproximadamente 1.485°C. La etapa de calentamiento o de calcinación se efectúa convenientemente en un equipo de horno rotatorio usual con un tiempo de permanencia en la zona caliente comprendido entre aproximadamente 10 minutos y aproximadamente 5 horas, prefiriéndose actualmente un tiempo de permanencia comprendido entre aproximadamente 20 minutos y aproximadamente 1 hora.

Se entiende que dentro de los márgenes indicados arriba, las condiciones óptimas de tiempo y de temperatura dependen en cierto grado de la composición del material particular empleado. El margen de temperatura preferido por ejemplo para la calcinación de magnesia granular de origen procedente de la brucita natural, está com-



prendido entre aproximadamente 1035°C y aproximadamente 1.260°C.

5 Para obtener el producto de hidróxido magnésico de la presente invención, la magnesia recristalizada parcialmente obtenida mediante la operación de calcinación precedente, se somete a hidratación, por ejemplo, con vapor de agua o con agua. Esta etapa de hidratación puede ser ejecutada en diversas condiciones, tanto a la presión atmosférica como a una presión elevada en un recipiente auto  
10 clave, seleccionándose las condiciones óptimas de hidratación con respecto al material particular empleado. Las condiciones de hidratación y las adiciones de agua o de vapor de agua se regulan para obtener un producto de hidróxido magnésico seco.

15 Como se ha indicado arriba, los gránulos o partículas de magnesia parcialmente recristalizada que se someten a esta etapa de hidratación, están en un estado de producción parcial de periclasa. Como la red de la forma de periclasa ocupa un volumen más pequeño que la red de la  
20 forma sin calcinar o hidratada, la hidratación de los gránulos de magnesia da como resultado la expansión de su volumen. Esta expansión de volumen crea un esfuerzo mecánico suficiente para reventar los gránulos, proporcionando el hidróxido magnésico como un producto exfoliado, es decir en forma de partículas extremadamente finas. En parti  
25 cular, como resultado de la exfoliación que tiene lugar como consecuencia de la hidratación, una proporción muy grande (ordinariamente más de un 80%) del hidróxido de magnesio producido está en partículas de tamaño de malla  
30 -44 micras. Sin embargo, las impurezas distintas de las



cantidades de cal arrastradas por la magnesia, permanecen como partículas relativamente gruesas en el material hidratado. Se entiende que la fracción de malla -44 micras del material hidratado constituye la forma de hidróxido de magnesio mencionada arriba; es decir, son estas partículas de malla -44 micras las que tienen las propiedades ventajosas de formación de briquetas, sinterización y otras, descritas anteriormente.

Se puede obtener una recuperación muy grande de hidróxido de magnesio de gran pureza, clasificando mecánicamente el material hidratado (de cualquier manera conveniente) para separar y concentrar la fracción de tamaño de partícula de malla -44 micras del material hidratado. Esta última clasificación constituye una etapa adicional e importante en el procedimiento de la presente invención, en un aspecto específico de la misma. Una importante característica ventajosa de la invención en este aspecto reside en esta fácil obtención de una gran recuperación de hidróxido de magnesio de gran pureza. Se apreciará que este elevado porcentaje de recuperación de producto de gran pureza, puede ser atribuido a la producción parcial de periclase efectuada en la etapa de calcinación del proceso, ya que como se ha explicado la exfoliación (que proporciona el hidróxido de magnesio en un tamaño de partícula de malla -44 micras) tiene lugar en la etapa de hidratación debido a que la magnesia sometida a hidratación tiene una estructura de red de periclase. Como se ha indicado arriba, el porcentaje de recuperación de producto de hidróxido de malla -44 micras es muy notablemente superior cuando la etapa de calcinación se lleva a cabo a temperaturas de a-

231953



proximadamente 925°C ó superiores; se cree que este resultado es debido a la eficacia superior de estas últimas temperaturas de calcinación para producir el desarrollo de periclase antes mencionado.

5

Se ha encontrado que la pureza de la fracción de malla -44 micras del material hidratado depende de la proporción de cantidades de cal presentes en el material tratado. Es decir, si en el material de partida hay presentes compuestos tales como carbonato de calcio e hidróxido de calcio (Portlandita), se convierten total o parcialmente en un óxido de calcio en la etapa de calcinación a la elevada temperatura de calcinación empleada; el óxido de calcio a su vez es convertido en la etapa de hidratación en cal apagada en forma finamente dividida (hidróxido de calcio), y está presente en la fracción de malla -44 micras del material hidratado. A temperaturas de calcinación inferiores a unos 925°C la calcinación de las cantidades de cal es sólo parcial. Sin embargo, a temperaturas de calcinación por encima de unos 925°C y, por lo tanto, a temperaturas comprendidas en el margen preferido para el presente procedimiento, se recuperan en este último producto sustancialmente todas las cantidades de cal presentes en el material de partida.

10

15

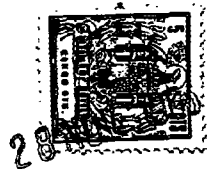
20

25

30

Por consiguiente, para obtener un producto de gran pureza se prefiere actualmente emplear en el procedimiento de la invención un material de partida sustancialmente libre de impurezas de cal, o beneficiar el material (antes o en combinación con la ejecución del procedimiento) para eliminar de éste las impurezas de cal. En ausencia de procedimientos de beneficio, un límite superior pre

291953



ferido o práctico para las impurezas de cal de los materia  
les de partida empleados por el presente procedimiento es  
de un 10% de óxido de calcio aproximadamente, sobre una  
base calcinada.

5

Si hay cal libre presente en el producto de hi-  
dróxido magnésico de malla -44 micras de la presente in-  
vención, puede ser lixiviada con agua a la temperatura am-  
biente; es decir, el óxido de calcio o el hidróxido de cal-  
cio puede ser separado, así, con la ayuda de un filtro que  
10 retiene el hidróxido de magnesio. Esta filtración puede  
ser efectuada fácilmente debido a que el presente produc-  
to de hidróxido de magnesio, preparado por ejemplo en una  
suspensión de un 10% de sólidos, se sedimenta y filtra rá-  
pida y eficazmente sin necesidad de agentes tensioactivos.  
15 Como se apreciará, el procedimiento de lixiviación prece-  
dente es una manera alternativa de mejorar cualquier pro-  
ducto particular de acuerdo con la invención en lo que se  
refiere a la cal.

15

20

La presencia de cantidades de cal en la propor-  
ción antes mencionada (es decir de hasta 10% de CaO, so-  
bre una base calcinada) en el material de partida, puede  
reducir la pureza de la fracción de malla -44 micras del  
material hidratado hasta un 90% aproximadamente de óxido  
de magnesio sobre una base calcinada. Suponiendo, sin em-  
25 bargo, que el material de partida utilizado está sustan-  
cialmente exento de cantidades de cal, o está tratado pa-  
ra llevar a efecto su eliminación, la ejecución del pre-  
sente procedimiento (incluyendo la etapa de clasificación  
mecánica últimamente mencionada) proporciona un agregado  
30 de partículas de hidróxido de magnesio de malla -44 micras

25

30



con una pureza de por lo menos 96% aproximadamente de magnesia sobre una base calcinada, lo que representa una recuperación mayor de un 80% de la magnesia sometida a la etapa de hidratación. Este producto de gran pureza que consiste en partículas de tamaño de malla -44 micras, que se cree que tienen una configuración angular rugosa como se ha mencionado arriba, tiene las propiedades ventajosas mencionadas anteriormente con respecto a la facilidad de formación de briquetas, de formación de periclasa y de la obtención de "densidades aparentes" altas y porosidad baja por calcinación a muerte a temperaturas comparativamente bajas, teniendo, por lo tanto, un uso particular como material de partida para la producción de periclasa de gran densidad y gran pureza.

Los detalles del aspecto particular de las partículas o aglomerados de malla -44 micras del producto de la presente invención, varían algunas veces dependiendo de la naturaleza del material de partida empleado (es decir, si es mineral de brucita o alguna otra fuente de magnesia), pero todos ellos exhiben el comportamiento que se cree atribuible a la forma angular rugosa mencionada arriba. En general, cuando el material de partida para el método presente es brucita o material brucítico, cada una de las partículas de hidróxido de magnesio de malla -44 micras del producto es por sí misma un conglomerado de subpartículas todavía más pequeñas. El margen de tamaños de estos aglomerados en una muestra típica del presente producto preparado a partir de este mineral brucítico, se indica a continuación:



menos de 40 micras ... 97% en peso  
menos de 30 micras ... 92% en peso  
menos de 20 micras ... 69% en peso  
menos de 8 micras ... 19% en peso

5 Muchas de las partículas individuales que componen los aglomerados arriba indicados son de un tamaño aproximado de 0,1 micras.

10 En una realización ilustrativa del método de la presente invención, se emplea este método para beneficiar un mineral brucítico de un tipo que se encuentra en ciertas de Canadá, que comprende gránulos de brucita en una matriz de carbonato de calcio y que contiene pequeñas cantidades de otras impurezas que incluyen silicatos, alúmina y óxido de hierro. Un procedimiento usual para beneficiar este mineral, para eliminar de él las cantidades de cal, es el llamado proceso Goudge, descrito en la patente de Estados Unidos n.º 2.208.185. Este último proceso incluye las etapas de calcinar el mineral, preferiblemente en forma granular, e hidratar preferentemente el óxido de calcio presente en el material calcinado para permitir su separación en forma de cal apagada finamente dividida desde las partículas de brucita calcinada relativamente grandes. El método presente como se aplica al mineral descrito, incorpora las etapas precedentes del proceso de Goudge, actuando la etapa de calcinación como etapa de calcinación del presente método.

25 El material brucítico triturado inicialmente hasta la forma granular para alcanzar una dimensión máxima de los gránulos de aproximadamente 5 cm, se calcina así en un horno rotatorio a una temperatura comprendida entre

30



aproximadamente 900°C y aproximadamente 1600°C, siendo en un sentido práctico el valor de 900°C el límite de temperatura inferior para la ejecución de la etapa de calcinación del proceso de Goudge, representando la temperatura mínima necesaria para llevar a efecto con seguridad una calcinación completa del carbonato cálcico. Esta calcinación se lleva adelante hasta convertir la brucita en magnesia y efectuar en ella por lo menos una conversión parcial en periclasa, mientras se provoca la descomposición del carbonato cálcico de la matriz en óxido de calcio. Se prefiere llevar a cabo esta calcinación a una temperatura comprendida entre aproximadamente 1100°C y aproximadamente 1200°C con un tiempo de permanencia total comprendido entre aproximadamente 2 1/2 y aproximadamente 3 1/2 horas.

Además, de acuerdo con el proceso de Goudge, el material calcinado resultante se somete a una etapa de hidratación parcial que permite la separación del óxido de calcio efectuando una hidratación preferente de este último en cal apagada, mientras deja los gránulos de brucita calcinada en su mayor parte sin afectar. A este fin la temperatura de hidratación se mantiene preferiblemente por debajo de los 100°C y, además, se regula la cantidad de agua empleada en la hidratación parcial para obtener la cal en forma seca. Después de esta operación se separa la cal por separación, se lavan los gránulos restantes (que comprenden ahora principalmente magnesia parcialmente recristalizada pero con superficies exteriores hidratadas) para eliminar el polvo de cal adherente, y se secan.

Con la cal así separada y eliminada, los gránulos de brucita calcinada se hidratan por completo bajo pre

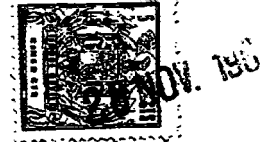


5 sión con agua o vapor de agua (por ejemplo en un recipiente autoclave) para convertirlos en hidróxido magnésico, regulándose la adición de agua o de vapor de agua de manera que se obtenga un producto seco en un espacio de tiempo razonable. Esta hidratación puede ser realizada en condiciones muy amplias de presión, pero para asegurar que el calor de reacción sea liberado con suficiente rapidez para hacer la reacción autógena, la presión del vapor de agua en el recipiente se mantiene preferiblemente a no menos de aproximadamente 3,5 kg por centímetro cuadrado (a cuya presión la temperatura en el recipiente es de 147°C como se calcula a partir de las tablas del vapor de agua). En una operación típica, la hidratación se completa sustancialmente en un espacio de aproximadamente 25 minutos a una presión de aproximadamente 10,5 kg/centímetro cuadrado con una temperatura correspondiente de aproximadamente 185°C.

20 Esta hidratación proporciona un producto de hidróxido magnésico exfoliado debido a la expansión de los gránulos de brucita calcinada, como se ha explicado arriba. Por otra parte, las impurezas silíceas presentes en el material tratado permanecen relativamente inalteradas y, por consiguiente, se liberan por exfoliación como partículas de mayor tamaño, facilitando la separación subsiguiente. Se ha encontrado en particular, que las impurezas presentes en las partículas hidratadas están principalmente en el margen de tamaños de malla +44 micras a malla -840 micras.

30 Por consiguiente, el material hidratado se clasifica en cuanto a tamaño de partícula (mediante cualquier

291953



operación de separación mecánica conveniente, tal como clasificación por aire o tamizado), para separar y recuperar una fracción de malla -44 micras. Como el hidróxido de magnesio está en partículas extremadamente finas en el material hidratado, la fracción última es un agregado de hidróxido magnésico de pureza muy grande, por ejemplo de más de 96% de magnesia sobre una base calcinada, y representa un elevado porcentaje de recuperación de magnesia en el producto calcinado. Este hidróxido magnésico es el producto de la presente invención, es decir el hidrato de magnesia parcialmente recristalizado que comprende un agregado de partículas de malla -44 micras que tiene la elevada reactividad y las propiedades superiores de formación de briquetas y de sinterización mencionadas arriba.

Se entiende que en el procedimiento precedente, la etapa intermedia de hidratación parcial se incluye, de acuerdo con el proceso de Goudge, para eliminar las cantidades de cal presentes en el mineral particular tratado, ya que si no se eliminarán así, se desintegraría una proporción de estas cantidades de cal en partículas de tamaño de malla -44 micras durante la etapa de hidratación completa, y estarían por consiguiente presentes como contaminantes del producto final de malla -44 micras. Esta hidratación parcial no es necesaria cuando el material de partida utilizado en el presente método, está sustancialmente exento de impurezas de cal.

Los siguientes ejemplos específicos se indican para ilustrar más las características y ventajas de la invención:

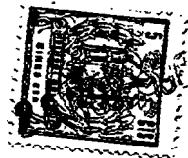


### EJEMPLO I

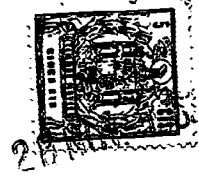
Se trituró material brucítico del tipo precedente (es decir que comprendía gránulos de brucita en una matriz de carbonato de calcio) hasta la forma granular, y una fracción seleccionada por su elevado contenido de brucita fue calcinada a una temperatura comprendida entre aproximadamente 1.150°C y aproximadamente 1.200°C, con un tiempo de permanencia total de aproximadamente 3 horas. El material calcinado resultante fue sometido a las operaciones sucesivas de hidratación parcial para eliminar las cantidades de cal, a hidratación completa bajo presión y a clasificación mecánica del material hidratado resultante, todo ello como se ha descrito arriba. El análisis de este material en diversos momentos del proceso se indica en la siguiente tabla, estando dados todos los resultados sobre una base de ausencia de pérdidas (con la excepción del mineral alimentado al horno:

291553

Análisis químico						
Material	Porcentaje de recuperación	MgO(%)	SiO <sub>2</sub> (%)	CaO(%)	Otros óxidos(%)	Pérdida por ignición (%)
mineral como alimentación del horno	100	22,7	3,6	35,1	0,9	38,7
Material granular calcinado (después de hidratación parcial)	16	84,3	8,1	5,3	2,3	0
fracción de material fino nel hidratado de malla -44 micras	11,5	96,2	0,3	2,2	1,3	0
fracción de malla +44 micras	4,5	56,0	26,7	12,7	4,6	0



20 953



Los "otros óxidos" de la tabla precedente son óxido férrico, alúmina y de titanio.

Si se separa la fracción de malla +595 micras de los gránulos de magnesia que quedan después de la operación de hidratación parcial del proceso de Goudge, y se lleva a cabo separadamente la hidratación final sobre esta fracción de malla +595 micras, se obtiene un producto de pureza ligeramente mayor:

Fracción	Porcentaje de recuperación	Análisis químico					Pérdida por ignición (%)
		MgO (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	CaO (%)	Otros óxidos (%)		
Hidratación final de la fracción de malla +595 micras de la fracción de malla -44 micras de hidratación parcial	10	96,9	0,2	1,6	1,3	0	
fracción de malla +44 micras	2	63,4	23,0	9,3	4,3	0	



20 20 20 20



Así, la fracción de malla -44 micras del material hidratado final (con o sin separación la fracción de malla +595 micras antes de la hidratación) era un hidróxido de magnesio que tenía una pureza de más de 96% de magnesia sobre una base calcinada, y constituía el producto de la presente invención, siendo fácilmente calcinada a muerte hasta una densidad aparente de aproximadamente 3,4. Se encontró que las pequeñas cantidades de otras sustancias presentes en este producto, forman impurezas inocuas o incluso convenientes, tales como el silicato dicálcico y tricálcico y brownmillerita ( $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ ), siendo esta última un buen agente mineralizante o de "calcinación a muerte".

#### EJEMPLO II

Se produjeron de acuerdo con el proceso de Goudge aproximadamente 200 toneladas de magnesia de origen brucítico natural, por el procedimiento de calcinar el mineral brucítico a unos  $1100^\circ\text{C}$  en un horno rotatorio usual con un tiempo de permanencia total de aproximadamente 3 horas y un tiempo de permanencia en la zona caliente comprendido entre 20 y 30 minutos, y se separó la cal mediante la etapa de hidratación parcial del proceso de Goudge como se ha descrito arriba. El material calcinado resultante después de eliminar la cal, fue hidratado en un autoclave a  $9,45 \text{ kg/cm}^2$  (manométricos) para producir hidróxido de magnesio. Seguidamente, se separó la fracción de malla -44 micras de este hidróxido magnésico y se le dio la forma de briquetas en una prensa usual de Komarek-Greaves para la formación de briquetas. El material dio por análisis en-



tre 96,5% y 97% de magnesia sobre una base calcinada.

Una partida de 150 tdas. de estas briquetas de hidróxido magnésico fue "calcinada a muerte" en un horno rotatorio a una temperatura comprendida entre aproximadamente 1650°C y 1750°C, para convertir el hidróxido magnésico en periclasa. Mediante técnicas de inmersión en mercurio se determinó la densidad aparente de la periclasa producida, que estaba comprendida entre 3,40 y 3,49.

5

EJEMPLO III

10

Hidróxido magnésico producido como en el Ejemplo II, fue calcinado a muerte en un horno estacionario a unos 1.650°C. La "densidad aparente" de la periclasa producida, medida mediante técnicas de inmersión en queroseno y de picnómetro de aire, era igual a 3,5 ó mayor.

15

EJEMPLO IV

De 20 a 30 tdas. de briquetas de hidróxido de magnesio preparadas como en el Ejemplo II arriba indicado, fueron "calcinadas a muerte" en un horno rotatorio a una temperatura comprendida entre aproximadamente 1.260°C y 1.370°C. Mediante técnicas de inmersión en queroseno se encontró que la "densidad aparente" de muestras representativas de la periclasa resultante, estaba entre 3,28 y

20

25

3,30

EJEMPLO V

El método de la presente invención fue llevado a cabo utilizando como material de partida un kilo de magnésita australiana que tenía el siguiente análisis (sobre

30



una base calcinada):

MgO	46,6%
SiO <sub>2</sub>	0,4
CaO	0,8
Pérdida por ignición	51,8
Otras impurezas	0,4
	<hr/>
	100,0%

5  
10  
15  
Esta magnesita fue calcinada a unos 1.035°C duran  
te una hora, y el material calcinado fue hidratado en un  
autoclave durante tres horas a 2,1 kg/cm<sup>2</sup> (manométrico) de  
presión de vapor de agua. Después se separó la fracción de  
malla -44 micras del material hidratado (que era el produc  
to de hidróxido de magnesio de la presente invención) y  
se densificó en briquetas a una presión de 2.100 kg/centí  
metro cuadrado, y se "calcinó a muerte" en un horno esta  
cionario a 1.650°C durante 3 horas. La densidad en masa  
de la periclasa producida, medida mediante la técnica de  
inmersión en mercurio, fue de 3,33.

20  
La presente solicitud que corresponde a la pre  
sentada en Canadá, el 3 de Octubre de 1.962, bajo el núme  
ro 859.406, se acoge a los beneficios del artículo 51 del  
vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

#### N O T A

30  
Los puntos de invención propia y nueva que se  
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Paten  
te de Invención en España, por VEINTE años, son los si  
guientes:



5 1.- Método de preparar un producto de hidróxido de magnesio desde un material de partida que contiene un compuesto de magnesio que puede ser convertido en magnesia por calcinación, caracterizado por que dicho material es calcinado a una temperatura de 815°C por lo menos, el material calcinado es hidratado para proporcionar material que contiene hidróxido de magnesio en forma seca y finamente dividida, y el producto de hidróxido de magnesio es obtenido luego a partir del material hidratado separando de él una fracción fina.

2.- Método de acuerdo con el punto 1 caracterizado además por que la fracción fina consta de partículas más finas que la malla 44 micras.

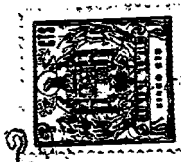
15 3.- Método de acuerdo con los puntos 1 ó 2 caracterizado además por que el material de partida es calcinado a una temperatura en exceso de 925°C aproximadamente y durante un tiempo suficiente para asegurar que cualquier carbonato de calcio e hidróxido de calcio presente en él es convertido sustancialmente por completo en óxido de calcio.

20 4.- Método de acuerdo con el punto 3 caracterizado además por que el material de partida es calcinado a una temperatura en el margen de 1.100 a 1200°C.

25 5.- Método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 4 caracterizado además por que la hidratación del material calcinado es efectuada por medio de vapor de agua bajo una presión de por lo menos 3,5 kg/cm<sup>2</sup>.

30 6.- Método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 5 caracterizado además por que las impurezas de cal son disminuídas en la fracción más fina que la malla

291953



de 44 micras por lixiviación de tal fracción con agua.

5 7.- Método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 6 caracterizado además por que el material de partida es un hidróxido de magnesio en bruto, un mineral de brucita o un material de magnesita.

10 8.- Método de acuerdo con el punto 1 caracterizado además por que el material de partida es brucita incluída en forma granular en una matriz de carbonato de calcio, comprendiendo dicho método el calcinar dicho material de partida a una temperatura superior a 900°C para convertir la brucita en magnesia y el carbonato de calcio en óxido de calcio, hidratar el material calcinado bajo condiciones seleccionadas para efectuar la hidratación preferente del óxido de calcio, separar el hidróxido de calcio finamente dividido así formado de los gránulos densos de brucita calcinada, hidratar los gránulos de brucita calcinada por contacto con vapor de agua a presión para producir hidróxido de magnesio en forma seca finamente dividida y separar tal hidróxido de magnesio finamente dividido de las partículas de impurezas más gruesas.

15

20

9.- Método de preparar un producto de hidróxido de magnesio.

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

291953

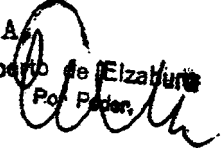


Esta Memoria consta de veintinueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

28 NOV. 1953

P. A.  
Alberto de Elzaburu  
Por Poder.



291953

G.D.S.

