



1970

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
Clase: 601
Subclase: b

384888

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un_a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: HOOKER CHEMICAL CORPORATION

RESIDENCIA: Niagara Falls, NEW YORK, U.S.A.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION
DE PERCLORATO MAGNESICO DE GRAN PURE-
ZA"

Prioridad: Patente estadounidense, n.º 875.552 del 10-11-69

MJ/S

**POOR
QUALITY**

384888



ANTECEDENTES DE LA INVENCION

1 Esta invención se refiere a un procedimiento de pre-
paración de perclorato magnésico. En su realización más es-
pecífica, esta invención se refiere a la preparación de so-
5 luciones acuosas de perclorato magnésico de gran pureza.

Se han escrito en la bibliografía varios procedimien-
tos para la obtención de perclorato magnésico. La acción di-
recta del ácido perclórico sobre el magnesio metálico se ha
empleado en las preparaciones de laboratorio en pequeña es-
10 cala. Como esta reacción es muy exotérmica e implica el des-
prendimiento de grandes cantidades de hidrógeno gaseoso en
contacto con ácido perclórico, no es adecuada para la sín-
tesis comercial. El perclorato magnésico se ha preparado
comercialmente por reacción de ácido perclórico con carbona-
15 to magnésico u óxido magnésico obtenidos de fuentes natura-
les. Estos materiales contienen impurezas como hierro y
otros metales pesados, cloruros y sulfatos, que no pueden
ser eliminados por técnicas normales de purificación, tales
como la recristalización. Análogamente, el perclorato mag-
20 nésico puede prepararse por metátesis de sales magnésicas
con sales de ácido perclórico, como perclorato amónico. En
estos procesos, las impurezas son introducidas por ambas sus-
tancias reaccionantes y las dificultades de purificación son
complicadas todavía más.

25 Una técnica de producción de perclorato magnésico con-
siste en la reacción de carbonato magnésico con ácido per-
clórico. En esta técnica, se agrega ácido perclórico concen-
trado a un exceso de carbonato magnésico en una cantidad de
agua suficiente para disolver el producto final. La mezcla
30 de reacción se agita durante la adición del ácido perclórico

384888



1970

1 concentrado para favorecer la eliminación del dióxido de
carbono generado. La reacción no se prosigue hasta que es
completa, permaneciendo una pequeña cantidad de carbonato
magnésico en la mezcla de reacción una vez terminado el
5 proceso para favorecer la precipitación del hierro. El pro-
ducto se filtra para separar el carbonato magnésico en ex-
ceso y el óxido de hierro hidratado que pudiera encontrarse
presente.

10 El producto resultante puede ser deshidratado para
formar perclorato magnésico anhidro que contiene 0,01 % de
materia insoluble, 0,01 % de cloruro, 0,005 % de sulfato,
0,001 % de hierro, 0,001 % de metales pesados, 0,05 % de
potasio, menos de 8 % de agua y presenta un pH comprendido
entre 5,0 y 8,0 en una solución al 5 %.

15 COMPENDIO DE LA INVENCION

El objeto de esta invención es proporcionar un mé-
todo seguro y comercialmente útil para la preparación de
soluciones acuosas de perclorato magnésico a partir de mag-
nesio metálico y ácido perclórico. Este procedimiento pro-
20 porciona el control preciso de las condiciones de reacción
de forma que se evitan las reacciones secundarias e incon-
troladas que pueden formar subproductos indeseables. En ge-
neral, el método de esta invención implica la preparación
de una suspensión acuosa altamente dispersada de óxido mag-
25 nésico hidratado por reacción de partículas de magnesio me-
tálico con agua, en presencia de una cantidad activante de
ácido perclórico, seguido de la posterior adición de ácido
perclórico a una velocidad controlada para formar una solu-
ción acuosa de perclorato magnésico.

30 Por lo tanto, de acuerdo con esta invención, se ha



384888

1 encontrado que puede producirse una solución acuosa de
perclorato magnésico en un estado de gran pureza por reaco-
ción de magnesio metálico con agua en presencia de una can-
5 tidad activante de ácido perclórico para formar una mezcla
de reacción e introduciendo posteriormente ácido perclórico
concentrado gradualmente en dicha mezcla de reacción para
obtener el producto deseado.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

10 Puede producirse una solución acuosa de perclorato
magnésico en forma muy pura por reacción de magnesio metá-
lico con un exceso de agua, en presencia de una pequeña
cantidad de $HClO_4$ como iniciador, seguido de la adición de
ácido perclórico concentrado a la mezcla de reacción.

15 Lo más conveniente es evitar la contaminación del sis-
tema de reacción empleando magnesio metálico de la máxima
pureza. Por ejemplo, un magnesio metálico al 99,8 % de mag-
nesio es un grado deseable de pureza para la sustancia reac-
cionante inicial y, preferiblemente, se emplea magnesio me-
tálico del 99,95 % de magnesio.

20 En la producción de una solución acuosa muy pura de
perclorato magnésico, la introducción de contaminantes con
las sustancias reaccionantes es un problema clave. Aunque
puede emplearse agua destilada o desionizada como sustan-
cia reaccionante inicial, con frecuencia el agua corriente
25 convencional es de pureza suficiente para dar una pureza
aceptable en el perclorato magnésico.

30 La cantidad de agua empleada en la reacción del mag-
nesio metálico con agua se encuentra en exceso sobre la canti-
dad estequiométrica requerida para la producción de un óxi-
do magnésico hidratado. La cantidad de agua empleada es la

384888



OCT. 1970

1 necesaria para obtener una solución del producto final
que contenga la concentración deseada de perclorato magnési
co y esté limitada solamente por la solubilidad del hexa-
hidrato de perclorato magnésico. Si el perclorato magnésico
5 ha de ser empleado posteriormente en forma de solución acuosa,
la cantidad de agua puede ser ajustada para proporcionar
esta concentración preferida sin necesidad de concentrar
o diluir posteriormente la mezcla de reacción. En una
forma comercial típica, la concentración de la solución
10 final de perclorato magnésico está seleccionada como la
concentración que es transparente a simple vista a 0°F
(-17,8°C). Para producir una solución concentrada y transparente
de perclorato magnésico a 0°F (-17,8°C), la cantidad
de agua seleccionada o empleada durante la reacción
15 puede ser elegida para producir una solución de perclorato
magnésico que contenga hasta el 68,4 % y preferiblemente
alrededor del 66,8 % de perclorato magnésico, calculado
como hexahidrato. Es muy conveniente una solución concentrada
de perclorato magnésico debido a la economía de
20 transporte, manipulación y almacenamiento.

La reacción del magnesio metálico con el agua es
lenta e impredecible. Sobre las superficies del metal se
forma un revestimiento adherente de productos mixtos de
reacción como óxido magnésico, óxido magnésico hidratado o
25 hidróxido magnésico. La composición y forma de estos depósitos
depende de las condiciones locales de reacción y de la temperatura
de la reacción.

Con objeto de obtener una reacción controlada y reproducible
del magnesio metálico con el agua, es necesario proporcionar un agente
30 que inicie y provoque la reacción.

384888



1 ción. También es conveniente que esta reacción transcurra
de tal forma que proporcione un producto de reacción del
magnesio metálico con agua en una forma que sea fácilmente
5 convertida en perclorato magnésico por reacción poste-
rior con ácido perclórico. Además es deseable que este adi-
tivo no contamine al producto final. Ahora hemos encontrado
que todos estos requisitos pueden ser cumplidos mediante
la adición de una cantidad controlada de ácido perclórico
a una suspensión acuosa de magnesio metálico en partícu-
10 las. Puede utilizarse una cantidad de ácido perclórico com-
prendida aproximadamente entre 0,05 % y 30 % de la canti-
dad requerida estequiométricamente para la reacción comple-
ta, con objeto de iniciar y provocar la reacción del mag-
nesio con el agua. Sin embargo, se ha encontrado que una
15 cantidad especialmente preferida de ácido perclórico es la
comprendida entre el 0,1 y el 0,7 % de la cantidad necesa-
ria para convertir la totalidad del magnesio metálico en
perclorato magnésico.

20 Variando la cantidad de ácido perclórico introducida
en la mezcla de agua y magnesio metálico, puede controlar-
se la consistencia del óxido magnésico hidratado interme-
dio producido. Lo más conveniente es producir el óxido mag-
nésico hidratado en la forma menos viscosa posible. Puede
agregarse a la mezcla de agua y magnesio metálico una can-
25 tidad de ácido perclórico comprendida aproximadamente en-
tre 0,1 % y 0,7 % de la cantidad estequiométrica requerida
para la reacción completa, para dar un producto de óxido
magnésico hidratado que forma una suspensión granulosa.
Con unas adiciones del ácido perclórico iniciador de 0,7 %
30 a 5 %, se obtiene un producto que es el óxido magnésico hi

384888



OCT. 1970

1 dratado más viscoso (realmente tixotrópico). Es convenien
te y muy ventajoso controlar la viscosidad del óxido mag-
nésico hidratado producido de forma que durante la reacción
5 con ácido perclórico concentrado el producto pase rápida-
mente por la fase más viscosa. Cuanto mayor sea la canti-
dad de ácido perclórico agregado a la mezcla de magnesio
metálico y agua, mayor es la velocidad de reacción y más
rápido es el aumento de temperatura en las etapas inicia-
les de la reacción.

10 Se ha encontrado que lo más conveniente es introdu-
cir el magnesio metálico en el agua a la temperatura ambien-
te y a un pH superior a 7, de forma que no se produzca reac-
ción entre el magnesio metálico y el agua hasta que así
se desee. A continuación se extrae todo el oxígeno y el
15 dióxido de carbono del reactor barriendo este último con
un gas inerte como nitrógeno o argón. Posteriormente se
inicia la reacción entre el magnesio y el agua mediante la
adición de una pequeña cantidad de ácido perclórico.

20 La reacción del magnesio metálico con el agua es muy
exotérmica, liberándose en esta fase aproximadamente las
dos terceras partes del calor total de reacción. Esta reac-
ción del magnesio metálico con el agua se efectúa con la
máxima eficacia a la temperatura de ebullición normal del
agua, eliminando el calor desprendido por evaporación del
25 agua. El vapor de agua así formado puede ser condensado y
devuelto al reactor o puede suministrarse a la vasija la
cantidad equivalente de agua limpia. Efectuando así la
reacción en condiciones isotérmicas, se obtiene una reac-
ción suave y bien controlada. Si se deja que se separe
30 por ebullición la totalidad del agua de la mezcla de reac-

384888



OCT. 1970

1 ción del magnesio metálico y agua, la reacción se seca y
2 simplemente cesa ya que el agua es una de las sustancias
3 reaccionantes. En cualquier caso, la reacción se efectúa
4 a una temperatura comprendida entre la temperatura ambien
5 te y la de reflujo del sistema. Si se desea, puede emplear
6 se refrigeración externa para controlar la temperatura de
7 reacción.

8 A la suspensión de óxido magnésico hidratado se aña
9 de gradualmente una solución concentrada de ácido percló-
10 rico. La concentración del ácido perclórico utilizado no
11 es crítica y en el mejor de los casos puede ser la de un
12 producto comercial normal conteniendo de 60 a 72 % en pe-
13 so de ácido perclórico. Durante la reacción del óxido mag
14 nésico hidratado con el ácido perclórico se desprende al-
15 rededor de la tercera parte del calor total de reacción.
16 El medio de reacción es agitado para garantizar una mez-
17 cla uniforme y para conseguir la eliminación del calor de
18 reacción a través de las paredes de la vasija. Preferible-
19 mente, la temperatura se mantiene por debajo del punto de
20 ebullición de la mezcla y se controla mediante la veloci-
21 dad de adición del ácido perclórico.

22 A la solución de hidróxido magnésico u óxido magnési
23 co hidratado se agrega una cantidad estequiométrica de áci
24 do perclórico concentrado. Terminada la adición de la can-
25 tidad estequiométrica de ácido perclórico, se añade un li-
26 gero exceso para dar un producto de reacción que se encuen
27 tra ligeramente en la región ácida de pH 7. A este produc-
28 to de reacción ácido se agrega un reactivo que ajusta el
29 pH hasta casi neutralidad.

30 Se ha encontrado que el carbonato magnésico es un



1970

384888

1 reactivo ideal para agregar a la solución de perclorato
magnésico. La cantidad requerida es demasiado pequeña pa-
ra introducir contaminantes objetables. Reacciona con el
ácido perclórico residual para producir perclorato magné-
5 sico, dando un producto neutro. Se utiliza un exceso so-
bre la cantidad necesaria para neutralizar el ácido percló-
rico, proporcionando un adsorbente sólido fácilmente fil-
trable que elimina las sales de metales pesados residuales
de la solución.

10 El producto es filtrado para separar cualquier impu-
reza precipitada y dar una solución acuosa de perclorato
magnésico que contiene menos de 0,2 partes por millón de
hierro y generalmente menos de 0,1 partes por millón de
hierro; menos de 10 partes por millón de calcio; 0,004 %
15 de iones cloruro; menos de 0,002 % de iones clorato; me-
nos de 5 partes por millón de metales pesados como plata,
plomo, mercurio, bismuto, cadmio, cobre, estaño, antimonio
y arsénico; menos de 0,001 % de iones sulfato con unas tra-
zas muy débiles de materia insoluble calculada por observa-
20 ción visual en menos del 0,001 %.

El perclorato magnésico en solución acuosa encuen-
tra aplicación en la producción de baterías de larga du-
ración del tipo magnésico para uso o almacenamiento en lo-
calidades calientes y húmedas, en las que las baterías mag-
25 nésicas presentan una estabilidad de almacenamiento excelen-
te. Generalmente, estas baterías magnésicas son células pri-
marias en las que el vaso es de magnesio y el electrolito
es formulado a partir de una mezcla de carbono, dióxido de
manganeso, cromato bórico e hidróxido magnésico, que es mo-
30 jada con perclorato magnésico para formar una pasta que se



1 cuela hidráulicamente en un molde y se introduce a cuña
en el vaso con la inserción subsiguiente de un electrodo
de carbono en el centro de la batería. Estas células pri-
marias encuentran aplicación como fuentes de energía para
5 radios, etc. Para uso en la producción de una batería de
magnesio, el perclorato magnésico ligeramente impuro redu-
ce la duración de la batería. Si el perclorato magnésico
es muy impuro, la batería no puede funcionar. De aquí que
la puesta a punto de una solución acuosa de perclorato
10 magnésico de pureza muy elevada constituya una contribución
muy importante a la técnica. En la práctica, se diluye la
solución concentrada de perclorato magnésico hasta una con-
centración del 5 % aproximadamente para su aplicación fi-
nal como electrolito en la batería.

15

EJEMPLO 1

En un matraz de fondo redondo provisto de un conden-
sador de reflujo y un agitador y colocado en un baño de
agua, se introducen 51,53 g (2,11 moles) de torneaduras
de magnesio. La vasija se purga continuamente con una ro-
20 rriente de nitrógeno exento de aceite. A las torneaduras
de magnesio se añaden 381 g (21,16 moles) de agua desti-
lada. A la mezcla contenida en el reactor se añaden len-
tamente alrededor de 50 ml de ácido perclórico. La tempe-
ratura de la mezcla de reacción comienza a ascender a me-
25 dida que se inicia la reacción. Se produce una reacción
muy intensa con formación de hidróxido magnésico (óxido
magnésico hidratado). La temperatura del reactor se mantie-
ne a sí misma entre 85 y 90°C. En 45 minutos aproximadamente
la mezcla de reacción se vuelve muy viscosa. Posteriormente
30 se introduce con lentitud en el reactor el resto del

384888



1970

1 ácido perclórico (densidad, 1,65 aproximadamente) (el to-
tal de HClO_4 al 71 % es de 576,0 g, 4,07 moles reales). La
temperatura de la mezcla de reacción se eleva a 90°C para
garantizar una reacción completa del magnesio metálico.
5 Terminada la reacción, permanecen en el reactor algunos
pequeños trozos de magnesio. Se añaden 10 g de carbonato
magnésico y la mezcla se agita a 90°C durante 10 minutos
aproximadamente. Después se filtra la mezcla de reacción
para obtener 878,2 g de producto conteniendo aproximada-
10 mente 24 partes por millón de ión Cl^- .

EJEMPLO 2

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 a excepción
de que se introducen alrededor de 25 ml de ácido perclóri-
co en la mezcla de magnesio metálico y agua, a una tempe-
15 ratura de 25°C . La reacción se inicia intensamente y se
auto-mantiene durante 37 minutos aproximadamente, en cuyo
momento se inicia la adición de ácido perclórico concentra-
do. La adición de ácido perclórico se prosigue durante un
período de 18 minutos. No es necesario enfriar. Una vez
20 terminada la reacción, se añaden 10 g de carbonato magné-
sico a la mezcla de reacción y esta mezcla se agita con-
tinuamente y se mantiene a una temperatura de unos 90°C
durante un período de 1 hora aproximadamente, en cuyo mo-
mento se filtra la mezcla de reacción para dar una solución
25 acuosa que contiene 929,2 g de perclorato magnésico. El pro-
ducto de reacción contiene alrededor de 18,3 partes por mi-
llón de ión cloruro.

EJEMPLO 3

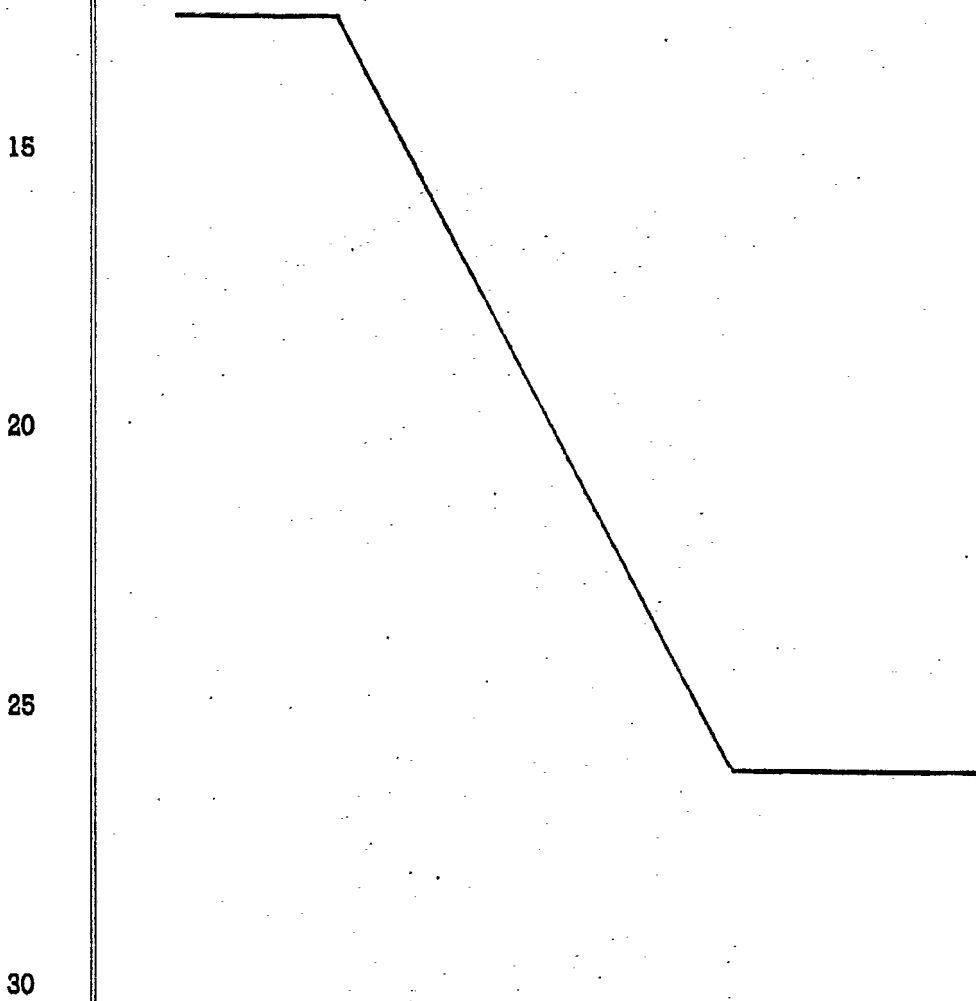
El siguiente ejemplo demuestra la aplicación de esta
30 invención a diversas operaciones en las que se emplean

384888



OCT. 1970

1 101,4 g de torneaduras de magnesio de 99,8 y 99,95 % de
pureza. Se emplea una cantidad estequiometrica de ácido
perclórico concentrado (70-72 %), añadiendo un ligero ex-
ceso de ácido perclórico después de que ha cedido la reac-
5 ción global. La cantidad de agua empleada es superior a
la requerida para reaccionar con las torneaduras de magne-
sio con objeto de formar una solución de perclorato magné-
sico conteniendo hasta 68,4 % de perclorato magnésico, cal-
culado como hexahidrato. A concentraciones superiores al
10 68,4 % de hexahidrato, la solución acuosa resulta turbia
más que transparente.



384888

384888

Tiempo - Minutos		Temperatura °C			
MgO(H ₂ O) I Prep.	HClO ₄ Adición	MgCO ₃ Neut.	Máx.	Media	MgCO ₃ Neut.
Operación 1	1010	82	50	15-50	25-30
Operación 2	1000	90	40	30-35	12-25
Operación 3	0	80	74,5	45-60	40
Operación 4	2	55	100	90-100	35
Operación 5	183	30	94,5	56-94	34
Operación 6	2	34	113	100-113	54-83
Operación 7	66	86	71	43-71	11-13

ANÁLISIS

MgCO ₃ añadido %	pH sol. 5 %	Fe (ppm)	Ca (ppm)	Cl ⁻ %	ClO ⁻ %	Meta- les pe- sados (ppm)	SO ₄ ²⁻ %	Mate- ria in sol. %	Mg(ClO ₄) ₂ 6H ₂ O 4%	Transpa- rencia OP (17,8°C)
Operación 1	10	7,9	8	0,004	<0,002	<5	<0,001	Trazas	68,4	Transp.
Operación 2	5	7,3	10	0,004	<0,002	<5	<0,001	Trazas	69,2	Turbio
Operación 3	5	7,7	8	0,004	<0,002	<5	Nada	Nada	68,4	Transp.
Operación 4	5	7,3	9	0,004	<0,002	<5	Nada	Trazas	67,8	Transp.
Operación 5	5	7,3	10	0,004	<0,002	<5	Nada	Trazas	67,8	Transp.
Operación 6	5	8,1	9	0,004	<0,002	<5	<0,001	Trazas	67,8	Transp.

Calculado sobre la cantidad estequiométrica de MgCO₃ requerida para la reacción completa del HClO₄.

Los metales pesados son Ag, Pb, Hg, Bi, Ca, Cu, Sn, Sb y As. Obtenidos precipitando con H₂S en medio ácido.

Calculado - aproximadamente 0,001 % - por observación visual.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

384888

	Tiempo - Minutos			Temperatura °C			
	MgO(H ₂ O) _x Prep.	HClO ₄ Adición	MgCO ₃ Neut.	Máx.	Media	M _g N _o	
1	Operación 1	1010	82	75	50	15-50	2
5	Operación 2	1000	90	55	40	30-35	1
	Operación 3	0	80	60	74,5	45-60	
	Operación 4	2	55	45	100	90-100	
	Operación 5	183	30	30	94,5	56-94	
	Operación 6	2	34	62	113	100-113	5
10	Operación 7	66	86	64	71	43-71	1

ANALISIS

	MgCO ₃ añadido %	pH sol. 5 %	Fe (ppm)	Ca (ppm)	Cl ⁻ %	ClO ₃ ⁻ %	Meta- les pe- sados (ppm)	SO ₄ %	
15	Operación 1	10	7,9	0,1	8	0,004	<0,002	<5	<0,0
	Operación 2	5	7,3	0,1	10	0,004	<0,002	<5	<0,0
	Operación 3	5	7,7	0,1	8	0,004	<0,002	<5	Nad
	Operación 4	5	7,3	0,1	9	0,004	<0,002	<5	Nad
20	Operación 5	5	7,3	0,2	10	0,004	<0,002	<5	Nad
	Operación 6	5	8,1	0,2	9	0,004	<0,002	<5	<0,0

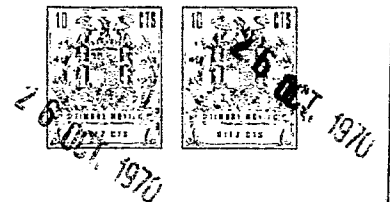
Calculado sobre la cantidad estequiométrica de MgCO₃ requerida para

Los metales pesados son Ag, Pb, Hg, Bi, Cd, Cu, Sn, Sb y As. Obten:

Calculado - aproximadamente 0,001 % - por observación visual.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá

34888



tos Temperatura °C

384888

<u>ClO₄</u> <u>ición</u>	<u>MgCO₃</u> <u>Neut.</u>	<u>Máx.</u>	<u>Media</u>	<u>MgCO₃</u> <u>Neut.</u>
82	75	50	15-50	25-30
90	55	40	30-35	12-25
80	60	74,5	45-60	40
55	45	100	90-100	35
30	30	94,5	56-94	34
34	62	113	100-113	54-83
86	64	71	43-71	11-13

ANALISIS

<u>Fe</u> <u>(ppm)</u>	<u>Ca</u> <u>(ppm)</u>	<u>Cl⁻</u> <u>%</u>	<u>ClO⁻₃</u> <u>%</u>	<u>Meta-</u> <u>les pé-</u> <u>sados</u> <u>(ppm)</u>	<u>SO⁻₄</u> <u>%</u>	<u>Mate-</u> <u>ria in</u> <u>sol. %</u>	<u>Mg(ClO₄)₂</u> <u>6H₂O %</u>	<u>Transpa-</u> <u>rencia</u> <u>of (17,8°C)</u>
0,1	8	0,004	<0,002	<5	<0,001	Trazas XXXX	68,4	Transp.
0,1	10	0,004	<0,002	<5	<0,001	Trazas XXXX	69,2	Turbio
0,1	8	0,004	<0,002	<5	Nada	Nada	68,4	Transp.
0,1	9	0,004	<0,002	<5	Nada	Trazas XXXX	67,8	Transp.
0,2	10	0,004	<0,002	<5	Nada	Trazas XXXX		Transp.
0,2	9	0,004	<0,002	<5	<0,001	Trazas XXXX		Transp.

tividad estequiométrica de MgCO₃ requerida para la reacción completa del HClO₄.

1 Ag, Pb, Hg, Bi, Cd, Cu, Sn, Sb y As. Obtenidos precipitando con H₂S en medio ácido.

mente 0,001 % - por observación visual.

Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:



OCT. 1970

1

REIVINDICACIONES

5

1. Un procedimiento para la preparación de perclorato magnésico de gran pureza que consiste en hacer reaccionar magnesio metálico con agua en presencia de una cantidad activante de ácido perclórico para formar una mezcla de reacción y después introducir gradualmente ácido perclórico concentrado en dicha mezcla de reacción para producir perclorato magnésico.

10

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que el magnesio metálico es introducido en agua a un pH superior a 7 aproximadamente, el reactor es purgado con un gas inerte y la cantidad activante de ácido perclórico es introducida posteriormente en el reactor.

15

3. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que la reacción del magnesio metálico con el agua se efectúa en condiciones de reflujo, en presencia de una atmósfera inerte.

20

4. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que el agua con la que se hace reaccionar el magnesio metálico es agua desionizada.

25

5. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que la reacción del magnesio con el agua es provocada mediante la adición de 0,1 a 0,7 % aproximadamente de la cantidad estequiométrica del ácido perclórico requerida para completar la reacción.

30

6. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que dicha mezcla de reacción es una suspensión viscosa tixotrópica de óxido magnésico hidratado.

7. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que dicha mezcla de reacción es agitada intensamente du-

A large, stylized handwritten signature or scribble in the bottom left corner of the page.

384888



OCT. 1970

1 rante la adición de ácido perclórico concentrado.

5 8. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que se agrega un ligero exceso de ácido perclórico concentrado a dicha mezcla de reacción para obtener un producto ácido que posteriormente es neutralizado y filtrado para dar una solución acuosa de perclorato magnésico.

10 9. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que la velocidad de adición de ácido perclórico concentrado a dicha mezcla de reacción es regulada para controlar la temperatura del medio de reacción.

10 10. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que el magnesio metálico reaccionante contiene más del 99,8 % de magnesio.

15 11. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PERCLORATO MAGNÉSICO DE GRAN PUREZA".

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva, que consta de quince páginas mecanografiadas.

Madrid, 26 Octubre 1970

BERNARDO UNGRIA

E.P.

25

30