



416509

P.- 54.938

B 26771-Case D 1203

ICB(SDG)

416509

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de NORTON COMPANY

F.C-3-12-75

entidad norteamericana

Int. Cl. COLF//H01B

establecida en 1 New Bond Street, Worcester, Massachusetts,  
Estados Unidos de América.

por: "UN METODO PARA PREPARAR UN PRODUCTO DE MAGNESIA GRA-  
NULAR" (Clase Internacional Colf, H01b)

3.9.73  
C.M.H.



416509

El presente invento se refiere a magnesia granular útil como material aislante de la electricidad y a la preparación de la misma.

5 El grano de magnesia triturado y fundido es utilizado normalmente para aislar alambres de resistencia eléctrica con relación a una funda metálica protectora exterior. Se dispone de diversos manantiales de magnesia para alimentar al proceso de fusión, pero son pocos los manantiales principales de mineral de alta calidad para la producción de magnorita de calidad para usos eléctricos. Todos los minerales comerciales hasta ahora disponibles han resultado relativamente costosos y la preparación de cada uno de los respectivos minerales para su utilización ha implicado operaciones de fusión, solidificación, clasificación, trituración, calcinación y tamizado, las cuales producen costos adicionales que hacen relativamente caros a los productos convencionales de granos de magnesia de calidad eléctrica en comparación con el objeto del invento que aquí se describe.

10

15

Es sabido que se requieren altas temperaturas para fundir el mineral de magnesia más puro que se utiliza para magnesia de calidad eléctrica, es decir los minerales que tienen un contenido de magnesia del orden de 94% o más de MgO y además que el producto fundido producido a partir de dichos manantiales de magnesia relativamente puros tiene un margen de solidificación estrecho que hace difícil

20

25

416509



5 el sangrado del baño de fusión. Por esta razón la magnesia fundida utilizada para fines de aislamiento eléctrico ha sido hasta ahora solidificada en grandes masas que requieren diversas etapas de trituración con el fin de producir granos con un tamaño apto para ser utilizado para aislamiento eléctrico, y se ha encontrado que después de la trituración es necesario calcinar el producto triturado con el fin de hacerlo útil como un aislamiento en los dispositivos conocidos del tipo de resistencia eléctrica.

10 Se ha encontrado que puede prepararse un producto aislante de la electricidad a base de magnesia fundida que no requiere extensas operaciones de trituración y calcinación tal como se ha practicado usualmente en el pasado. Además, puede utilizarse magnesita de agua de mar que tiene un alto contenido de magnesia, lo cual proporciona un manantial barato de magnesia para preparar el producto del presente invento. Al seguir el presente invento, ciertas impurezas tales como compuestos de boro y de hierro que anteriormente no hubieran podido ser toleradas en una magnesia de calidad eléctrica y que se encuentran en la magnesita de agua de mar, son dispersadas de manera tal que se hace mínimo su efecto, por lo demás perjudicial. Al mismo tiempo, aditivos en la forma de alúmina, sílice y óxidos de calcio son mezclados en la carga de alimentación de materia prima para cumplir la función de reducir la temperatura de fusión

15

20

25

4 16509



de la masa en fusión y ampliar el margen de solidificación del material fundido que se produce en el horno.

Es sabido que las formas más puras de magnesia convencionalmente utilizadas para la producción de magnesia de calidad eléctrica funden a una temperatura dentro del margen superior a 2700°C, y tienen un margen de solidificación bastante estrecho a estas temperaturas. En el pasado se ha creído que dichos manantiales de magnesio deben ser utilizados para preparar estos productos de aislamiento de la electricidad, y las características de fusión y solidificación de estas magnesias han hecho impracticable el enfriamiento rápido con aire desde el estado fundido. Las adiciones arriba citadas, es decir alúmina, sílice y óxidos de calcio son fundidas, en la forma preferida del presente invento, junto con magnesita de agua de mar con el fin de disminuir la temperatura de fusión de la mezcla a un valor tan bajo como 2000°C y disminuir la viscosidad del baño fundido con el fin de ampliar el margen de solidificación, haciendo posible de este modo un enfriamiento rápido con aire. Se ha descubierto una composición de magnesia y un método para enfriar rápidamente con aire el compuesto de magnesia fundido a través de una boquilla aspiradora propulsada por aire, que hace posible a los solicitantes producir una proporción muy grande de esferas macizas dentro de un margen de tamaños menores del de tamiz de malla 35 de la escala Tyler, las cua-

416509



5 les esferas macizas pueden ser utilizadas sin ningún trata-  
miento adicional para aislamiento en dispositivos eléctri-  
cos. Las esferas mayores que tienen tamaños granulométricos  
por encima del de tamiz de malla 35 pueden ser trituradas  
10 con el fin de que pasen a través de un tamiz de malla  
35 de la escala Tyler y el producto triturado resultante pue-  
de ser mezclado con las esferas enfriadas rápidamente con  
aire y no trituradas con el fin de proporcionar un aisla-  
miento útil a base de magnesia de calidad eléctrica. Se ha  
15 de hacer observar que ninguno de los granos enfriados rápi-  
damente con aire, ni siquiera las partículas trituradas cuan-  
do son añadidas a las esferas no trituradas del presente in-  
vento, necesitan ser calcinadas o recocidas antes de utili-  
zar la mezcla como una magnesia de calidad eléctrica.

15 El presente invento concierne a la conversión de  
una magnesia fundida en un producto sólido granular compues-  
to por esferas las cuales sustancialmente en su totalidad  
pueden ser utilizadas directamente, según se han producido,  
para aislamiento eléctrico en unidades de resistencia eléc-  
20 trica, Cuando una magnesia de calidad eléctrica es prepara-  
da tal como aquí se considera, pueden suprimirse las opera-  
ciones de trituración y calcinación que hasta ahora se nece-  
sitaban usualmente en conexión con la preparación de una  
magnesia fundida con el fin de acondicionarla para su uso  
25 como un aislamiento de la electricidad. Los presentes inven-

3.9.73  
C.M.H.

4 1 6 5 0 9

12



tores han producido esferas enfriadas rápidamente con aire .  
de un producto de magnesia solidificado directamente a par-  
tir de una masa fundida, las cuales esferas son casi todas  
ellas macizas y muchas de las cuales tienen un tamaño apto  
5 para ser utilizado directamente como un aislamiento en uni-  
dades de resistencia eléctrica, y el cual producto sólo re-  
quiere un mínimo grado de trituración para solamente una par-  
te de las esferas de producto solidificado y no requiere nin-  
guna calcinación de la mezcla final de producto esférico tri-  
10 turado y macizo. La mezcla de granos esféricos triturados y  
no triturados más pequeños del presente producto es tan li-  
bremente fluyente como el producto fundido, triturado y cal-  
cinado, conocido, utilizado hasta ahora para aislamiento de  
la electricidad, y el presente producto puede ser utilizado  
15 del mismo modo para proporcionar una capa de la magnesia en-  
friada rápidamente con aire alrededor de un alambre de resis-  
tencia provisto con funda envolvente con el fin de proporcio-  
nar un aislante que tenga una resistividad suficientemente al-  
ta para hacer al producto enfriado rápidamente con aire bas-  
20 tante práctico para unidades de resistencia eléctrica.

Siguiendo el presente invento, sustancialmente to-  
das las partículas macizas resultan tener buenas propieda-  
des de aislamiento de la electricidad. El material macizo  
sirve para conducir el calor desde el alambre de resisten-  
25 cia eléctrica a la funda del modo más rápido que es posible

416509



mientras que las partículas son eficaces para proporcionar un aislamiento de la electricidad eficaz para permitir que funcione la unidad.

5 Las esferas del presente invento son enfriadas rápidamente con aire fundiendo una carga apropiada para formar la deseada composición de magnesia útil como un material de aislamiento de la electricidad, y luego atomizando y enfriando a baja temperatura parcialmente las gotitas del material fundido con un aire comprimido dentro de un margen de presiones de desde 4,9 a 8,75 kilogramos por centímetro cuadrado y mayores, para hacer funcionar una boquilla aspiradora igual a la mostrada en la patente francesa 7.213.224 de la solicitante, presentada el 14 de Abril de 1.972. Las gotitas producidas por dicha boquilla, que tiene un diámetro interno de 62,5 milímetros para flujo de fluido fundido y un área de aproximadamente 9,68 centímetros cuadrados, a través de la cual sale el aire, son proyectadas dentro del aire y el material fundido es enfriado y solidifica según van desplazándose las gotitas a través del aire para ser recogidas sobre el suelo. El diámetro interno de la boquilla, así como el área del pasaje de salida para el chorro de aire atomizador, pueden ser hechos variar dependiendo del volumen de flujo líquido que ha de ser impulsado por aire comprimido a una presión dada.

25 Se ha demostrado con lo que antecede la utilidad

3.9.73  
C.M.H.

416509



del producto y se ha encontrado que este producto es muy  
útil como un aislante en unidades de resistencia eléctrica  
que tienen un alambre centrado en una funda metálica para  
utilizarse en accesorios y aparatos domésticos incluso aun-  
5 que es relativamente baja su resistividad eléctrica medida  
en una Celda Fetterley. De modo bastante inesperado, se ha  
encontrado en la práctica que el producto enfriado rápida-  
mente con aire es sustancialmente igual a la forma conven-  
cional más pura de grano de magnesia triturado y calcinado,  
10 que tiene una resistividad eléctrica mucho mayor. Los soli-  
citantantes no saben por qué el material con una resistividad  
mucho menor trabaja de manera bastante satisfactoria en es-  
tas circunstancias, pero se aventura la siguiente explica-  
ción como un teoría posible acerca de la utilidad de dicho  
15 material: En la fabricación anterior de magnesia utilizada  
para aislamiento de la electricidad siempre se ha encontra-  
do necesario utilizar un material con pureza relativamente  
alta que funda a una temperatura dentro de un margen por en  
cima de 2700°C. Además de las evidentes dificultades ocasio-  
20 nadas por la utilización de una magnesia que tenga una alta  
temperatura de fusión, las composiciones de magnesia fundi-  
da relativamente pura tienen un margen de solidificación muy  
estrecho, lo que hace sustancialmente imposible el trabajar  
con estas magnesias líquidas excepto mediante solidifica-  
25 ción de masas relativamente grandes de la misma y subsiguien

416509



tes operaciones de trituración y tamizado del grano de mag-  
nesia para producir un aislamiento eléctrico para unidades  
de resistencia eléctrica. Esta forma conocida de magnesia  
triturada relativamente pura es usualmente calcinada o reco  
5 cida con el fin de eliminar la actividad superficial exis-  
tente sobre los granos individuales. Los técnicos en la ma-  
teria saben que existe dicha actividad superficial, y que  
es producida por la aplicación de esfuerzos de cizallamiento  
a las superficies cristalinas de los granos durante las ope  
10 raciones de trituración. Los solicitantes creen que esta ac-  
tividad superficial, si no es eliminada, permite que el gra-  
no no calcinado triturado tenga una conductividad eléctrica  
mayor en comparación con el grano calcinado triturado. Así,  
cuando se requiere trituración en cualquier extensión gran-  
15 de para producir grano de magnesia para fines de aislamien-  
to de la electricidad a partir de una magnesia solidificada  
producida por fusión, la práctica convencional consiste en  
inactivar las porciones superficiales de los granos tritura-  
dos con el fin de hacer mínima su conductividad eléctrica.  
20 En el presente producto, las esferas no trituradas mantienen  
separadas las zonas con actividad superficial de las partí-  
culas esféricas trituradas no calcinadas, de manera que no  
pueden establecerse trayectorias de superficies activas con-  
ductoras de la electricidad a través de la masa del producto  
25 ni siquiera aunque la medición de la resistividad eléctrica.

3.9.73  
C.M.H.

416509



del producto no indique valores tan altos como la resistivi-  
dad eléctrica del producto triturado y calcinado convencio-  
nal, según se determina en la Celda Fetterley, se ha encon-  
trado que el presente grano es en la práctica igual de bue-  
5 no que los granos triturados y calcinados conocidos, que has-  
ta ahora se han utilizado. (La Celda Fetterley y su método  
de utilización están descritas en un artículo de título "Me-  
dición de resistividad a alta temperatura en material refrac-  
tario granular comprimido" de G. H. Fetterley, Transactions  
10 of Electro Chemical Society, Vol. 83-1943 191).

Haciendo referencia ahora a la práctica preferida  
del invento para preparar la magnesita para la fusión en hor-  
no, aditivos particulares seleccionados del grupo que consis-  
te en alúmina, sílice y cal son incluidos en la alimentación  
15 de carga de materia prima para el horno de fusión, no sólo  
para disminuir la temperatura de fusión de la mezcla sino  
también para lograr simultáneamente una diseminación más am-  
plia del margen de temperaturas de solidificación. Cuando es  
ampliado el margen de temperaturas a lo largo del cual soli-  
20 difica el compuesto de magnesia fundido, se hace práctico  
enfriar rápidamente con aire el material fundido de una ma-  
nera tal que puedan producirse esferas macizas muy pequeñas  
de magnesia. La mayor parte de estas esferas macizas pueden  
ser utilizadas directamente sin tratamiento adicional para  
25 fines de aislamiento de la electricidad. La proporción de es

416509



5           feras de mayor tamaño que se producen inherentemente en la presente operación de enfriamiento rápido con aire pueden ser utilizadas tras haber sido trituradas y mezcladas con las partículas esféricas macizas más pequeñas con el fin de producir un producto que tenga porciones importantes de partículas de magnesia no trituradas y no calcinadas formando un material aislante de la electricidad que tenga una resistividad suficientemente alta para ser útil en unidades de resistencia eléctrica provistas con funda envolvente.

10                       La gran proporción de esferas producidas por enfriamiento rápido con aire del presente compuesto de magnesia tienen un tamaño granulométrico inferior al de tamiz de malla 35 en la escala Tyler, y pueden ser utilizadas directamente para aislamiento. Cuando la composición de magnesia fundida es colada a través de la boquilla aspiradora propulsada por aire que arriba se ha citado, para ser enfriada rápidamente con aire, con una selección apropiada de las dimensiones de la boquilla y de las presiones de aire comprimido, una cantidad tan grande como 40% de la composición de magnesia fundida puede ser convertida en esferas macizas con un margen de tamaños menor que el del tamiz de malla 35 de la escala Tyler. El resto del material enfriado rápidamente con aire, la totalidad del cual cae dentro de un margen de tamaños sustancialmente menor que el del tamiz de malla 4, pasando la mayor parte de estas partículas mayores enfria-

15

20

25

3.9.73  
C.M.H.

416509



das rápidamente con aire a través de un tamiz de malla 10. Las esferas de mayor tamaño retenidas en el tamiz de malla 35 pueden ser trituradas de manera tal que el producto triturado final pasará a través de un tamiz de malla 35 de la  
5 escala Tyler y luego los granos triturados pueden ser mezclados con las esferas macizas más pequeñas y no trituradas. Los granos individuales del material triturado tendrán expuesta una gran proporción de las superficies esféricas vírgenes en comparación con las superficies de granos expuestas de un  
10 producto de magnesia de calidad eléctrica triturada y fundida convencional, y en cualquier caso cuando esté completado el mezclado de las esferas no trituradas enfriadas rápidamente con aire, de tamaño menor del de tamiz de malla 35, y de las partículas esféricas trituradas de tamaño menor del  
15 de tamiz de malla 35, tal como arriba se ha sugerido, las partículas esféricas no trituradas más finas mantendrán distanciad<sup>as</sup> a las superficies trituradas de manera que no pueda establecerse una trayectoria conductora de la electricidad a través de las superficies activas ahora distanciad<sup>as</sup>  
20 entre sí de la magnesia triturada mezcladas con superficies relativamente inactivas de las esferas no trituradas. Por razón de dicho distanciamiento de las esferas trituradas expuestas tal como aquí se considera, puede eliminarse la calcinación del producto final y es evidente que cuando las es  
25 feras de tamaño mayor del de tamiz de malla 35 necesitan ser

416509



trituras sólo para pasar a través de un tamiz de malla 35, una porción sustancial de la operación de trituración se su prime de este modo.

5           Según una forma del invento, se utilizaba magnesi  
ta de agua de mar como un manantial de la magnesia. Dicho ma  
terial incluía un contenido de boro dentro del margen hasta  
de 300 partes por millón o más, que en caso contrario podría  
constituir un problema si estuviese presente en una magnesia  
de calidad eléctrica tal como se describe en la solicitud,  
10 también pendiente, de la solicitante Serial Nº 236.333 pre-  
sentada el 20 de Marzo de 1.972 con el enunciado "un inhibi  
dor de sinterización para grano de MgO fundido". El enfria-  
miento rápido con aire de magnesita de agua de mar tiende a  
hacer mínimo el indeseable efecto de sinterización que se  
15 observa cuando está presente el boro.

Los solicitantes han fundido una cantidad de esta  
magnesita de agua de mar calcinada a muerte con la adición  
de sílice y alúmina en la presencia de una pequeña cantidad  
de cal. La mezcla fue alimentada a un horno de colada y fun  
20 dida en él, el cual horno de colada era alimentado por la  
energía de un arco de tres fases, siendo continua la alimen  
tación a una velocidad de aproximadamente 225 kg/hora, y el  
material resultó fundido a una temperatura de aproximadamen  
te 2300º, según se determina a partir de un diagrama de fa-  
25 ses publicado en el manual "Diagrama de fases para ceramis-

3.9.73  
C.M.H.

416509

12 OCT 1964



tas" de Levin, Robbins y McMurdie, recopilado por el National Bureau of Standards, editado y publicado por la American Ceramic Society Inc, véase  $MgO \cdot Al_2O_3 \cdot CaO$  en la figura 278 en la página 115 de la edición de 1.956, y  $MgO \cdot Al_2O_3 \cdot SiO_2$  en la figura 712 en la página 246 de la edición de 1964. Se  
5       gun se iba acumulando el baño fundido en el horno, era sangrado de tiempo en tiempo volcando el horno, y el material fundido era suministrado dentro del tipo arriba mencionado de boquilla aspiradora propulsada por aire comprimido. El  
10       aire en expansión incidía sobre el flujo de fluido fundido que se movía a través del pasaje central de la boquilla y la corriente de aire a alta velocidad desintegraba al flujo de líquido para producir gotitas muy pequeñas de la composición fundida, las cuales gotitas se convertían en esfe-  
15       ras macizas según eran proyectadas hacia fuera y caían al suelo. El producto solidificado resultante tenía la siguiente composición

	$SiO_2$	19,35%
	$Fe_2O_3$	0,21%
20	$Al_2O_3$	10,34%
	$CaO$	0,65%
	boro	240 partes por millón (ppm)
	azufre	41 partes por millón (ppm)

25       siendo el resto magnesia e impurezas inocuas hasta hacer el 100%.

416509



Aproximadamente 40% del material enfriado rápidamente con aire arriba descrito, que procedía de la boquilla de enfriamiento rápido con aire, era más fino que el tamaño del tamiz de malla 35 en la escala Tyler. El material de tamaño mayor del de tamiz de malla 35 era triturado por impacto para pasar a través de un tamiz de malla 35. Los productos triturados y los no triturados fueron mezclados y el análisis de los tamaños granulométricos finales del producto era el siguiente:

10	sobre malla 40 - 0,0%
	" 45 - 0,3
	" 50 - 8,8
	" 60 -14,2
	" 80 -21,1
15	" 100 -12,7
	" 120 - 8,0
	" 140 - 9,0
	" 170 - 6,8
	" 200 - 5,7
20	" 325 - 9,0
	" 425 - 1,6
	a través de malla 425 - 2,1

La resistividad eléctrica en megohm-centímetros a 980°C era de 12,6. La densidad del producto final, determinada en un picnómetro de aire era de 3,5 g/cm<sup>3</sup>, valor que

416509



es muy próximo a las densidades reales de ( $MgO$ . 3,58;  $Mg_2SiO_4$  3,22; y  $MgAl_2O_4$  3,58) los cuales compuestos son los componentes principales del compuesto aquí formado, lo cual indica que las partículas de este producto están muy  
5 cerca de estar libres en un 100% de espacios huecos.

El análisis por rayos X de material procedente de esta fusión, basado en difracción con radiación de  $Cu K\alpha$  en condiciones de trabajo normalizadas dió una resolución de pico a través del espectro de difractómetro de rayos X  
10 que generalmente era muy buena. El espectro reveló tres fases incluyendo una fase principal de óxido de magnesio, con fases secundarias que mostraban forsterita ( $Mg_2SiO_4$ ) y espinela de aluminato de magnesio ( $MgO.Al_2O_3$ ). Las intensidades de pico de las dos fases secundarias eran aproximadamente  
15 iguales y el pico de magnesia principal manifestó ser dos a tres veces mayor que el de las fases secundarias.

El producto fue ensayado en cuanto a resistividad eléctrica y a índice de sinterización por causa de la presencia de boro. El material formado a partir del material  
20 enfriado rápidamente con aire, a base de esferas no trituradas y de esferas trituradas, tal como arriba se ha descrito, fue ensayado sin calcinación, y con fines comparativos la mezcla fue calcinada durante diversos períodos de tiempo y con diversas temperaturas, obteniéndose los siguientes  
25 resultados:

416509



Calcinación		Resistividad eléctrica en megohm-centímetros. Índice de sinterización medido en la Celda Fetterley			
		a	a		
5	Tiempo	Temperatura	980°C	850°C	en gramos
	0	0	16,5	198,25	55
	1 hora	200 °C.	11,5	137,50	25
	1 hora	950°C.	16,25	157,50	25
	1 hora	1150°C.	34,75	137,50	25
10	4 $\frac{1}{2}$ horas	1275°C.	57,0	627,50	25

La magnesia de calidad eléctrica arriba descrita que tenía una resistividad de 16,5 megohm-centímetros fue sometida a un ensayo de duración en servicio acelerado en una unidad de resistencia rectilínea, el cual ensayo se utiliza en la industria, y se ha encontrado que el presente material, que tiene una resistividad de 16,5 megohm-centímetros es útil para todos los márgenes de temperaturas bajas e intermedias, y los presentes inventores han predicho que magnesias de calidad eléctrica preparadas de manera similar serán valiosas asimismo para las aplicaciones a altas temperaturas. De modo bastante inesperado el presente producto es útil a pesar de tener un valor medido de resistividad eléctrica algo menor que el que hasta ahora se encontraba como requerido para una magnesia utilizada para aislamiento eléctrico en una unidad de resistencia eléctrica con funda.

416509

125



5 El índice de sinterización arriba especificado es expresado en gramos y es determinado de acuerdo con la redacción final del "método normalizado propuesto para la medición del grado de sinterización de óxido de magnesio de calidad eléctrica para utilizarse en elementos de calefacción eléctrica del tipo con funda" publicado el 31 de Marzo de 1970 por el American Society for Testing Materials. Un índice de sinterización por debajo de 100 es bastante aceptable para las unidades de resistencia eléctrica utilizadas en los productos de accesorios y aparatos domésticos en la industria.

15 Cantidades mayores o menores de alúmina, sílice y cal pueden ser utilizadas, pero las proporciones que los presentes inventores sugieren emplear se encuentran dentro del margen entre 60 y 90% de magnesia, con una adición de hasta 25% de sílice y hasta 25% de alúmina, y añadiéndose cal en una cantidad menor en todo momento de 50% del contenido de sílice, compatible con la interferencia que se pueda tolerar en un funcionamiento rápido y fácil en hornos, pero para mejorar la fusión en hornos la cal deberá ser mantenida en una proporción menor de aproximadamente 1% de la composición global. Un producto preferido incluirá 20% de sílice, 10% de alúmina, estando el 70% restante constituido principalmente por magnesia que incluye menos de 1% de cal y las impurezas que quedan después de la fusión. La adición de cal

20

25

3.9.73  
C.M.H.

416509

112



ayuda a mejorar las características eléctricas del producto pero provoca problemas de fusión en el horno y por lo tanto se debe buscar un compromiso, dependiente del grado de interferencia que sea aceptable con la rentabilidad del trabajo.

5

En otro experimento se alimentaron diversas mezclas de cargas de materia prima en sucesión a un horno de sangrado de ciento doce decímetros cúbicos y se efectuaron cinco experimentos de fusión rápida con aire a partir de las cargas fundidas sucesivamente formadas con el fin de solidificar el material. En cada caso se comenzó con magnesi-  
ta de salmuera adquirida de la firma Standard Lime Company, a la cual se añadieron alúmina y sílice en diversas proporciones con el fin de proporcionar tres composiciones de carga de materia prima diferentes. Los experimentos se comenzaron con una carga de materia prima que tenía la siguiente composición:

10

15

55% de magnesita de salmuera incluyendo menos de 1% de cal e impurezas

20

31% de  $Al_2O_3$  del procedimiento Bayer

14% arena silícea

Después de haber resultado fundida una parte de la carga del horno, se efectuó el sangrado a través de la boquilla aspiradora que era hecha funcionar a una presión de aire alimentado de 6,02 kilogramos por centímetro cuadrado. Las

25



416509

partículas enfriadas rápidamente con aire resultantes de este primer sangrado tenían la composición de:

14,48% SiO

0,12% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

26,16% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

0,63% CaO

5

78 partes por millón de azufre

estando presentes 300 partes por millón de boro

siendo el resto MgO con un pequeño porcentaje de impurezas inocuas.

10

El horno de ciento doce decímetros cúbicos fue hecho funcionar de modo continuo y se suministró al horno una segunda carga de alimentación de materia prima sobre la parte superior del resto de la masa fundida que quedó en el horno después del primer sangrado. La segunda carga de materia prima era una mezcla que incluía:

15

61% de la misma magnesita de salmuera

17% de alúmina del procedimiento Bayer

22% de arena silícea

20

Después de fusión y de un segundo sangrado a través de la boquilla que trabajaba con una presión de 5,6 kg/cm<sup>2</sup>, el producto enfriado rápidamente con aire tenía el siguiente análisis:

17,99% SiO

25

0,15% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

416509



14,97%  $Al_2O_3$

0,60% CaO

91 ppm azufre

320 ppm boro

5       siendo el resto MgO con un pequeño porcentaje de impurezas inocuas.

Se efectuó un tercer sangrado después de completar la alimentación de la segunda mezcla de carga de materia prima, y después del tercer sangrado del horno a través de la boquilla, que era alimentada con aire a una presión de 5,32 kg/cm<sup>2</sup>, el producto enfriado rápidamente con aire mostró un análisis de:

15       18,86%  $SiO_2$   
          0,10%  $Fe_2O_3$   
          14,11%  $Al_2O_3$   
          0,62% CaO  
          69 ppm azufre  
          300 ppm boro

20       siendo el resto en su mayor parte MgO con una pequeña cantidad de impurezas.

Luego se alimentó una tercera mezcla de alimentación de carga de materia prima en el horno, que todavía estaba funcionando de manera continua. Esta mezcla incluía:

25       64% de la misma magnesita de salmuera  
          10% de alúmina del procedimiento Bayer

3.9.73  
C.M.H.

416509

12577



26% de arena silícea

Después de fusión, el material resultante fue sangrado dos veces desde el horno y enfriado rápidamente con aire. La boquilla para estos cuarto y quinto sangrados de este experimento del horno era alimentada con aire a 5,32 y 4,9 kg/cm<sup>2</sup> respectivamente, y los gránulos solidificados resultantes tenían respectivamente los siguientes análisis:

	<u>4º sangrado</u>	<u>5º sangrado</u>	
	27,59%	27,54%	SiO <sub>2</sub>
10	0,08%	0,32%	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	13,14%	11,74%	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	0,65%	0,65%	CaO
	78 ppm	57 ppm	azufre
	300 ppm	300 ppm	boro

15 siendo el resto en cada caso en su mayor parte MgO con algún pequeño porcentaje de impurezas inocuas.

Es evidente que el baño fundido en el horno estaba compuesto por mezclas de las diferentes mezclas alimentadas dado que la fusión continua de material alimentado y los periódicos sangrados del horno hicieron que tuviesen lugar diversas fusiones en dicho horno.

20 Se efectuó otro experimento con una carga de materia prima que fue alimentada a un horno que contenía el residuo procedente de una previa fusión de MgO, estando constituida en este caso la carga de materia prima por:

416509



75% magnesita de salmuera

5% CaO

5% SiO<sub>2</sub>

10% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

5 El funcionamiento del horno no fue tan fácil y rápido debido a la proporción relativamente grande de cal presente en el baño de fusión cuya turbulencia fue anticipada, pero la adición de una cantidad relativamente grande de cal fue agregada a la carga de materia prima para producir un  
10 producto final para ser ensayado, en el que la cal estaría presente en una cantidad aproximadamente igual a la mitad de la cantidad de contenido de sílice en el producto final. Se sabía que el MgO residual en el horno al comienzo de este experimento tenía un alto contenido de sílice. El material  
15 solidificado final era utilizable para aislamiento eléctrico y tenía el siguiente análisis:

	SiO <sub>2</sub>	8,44%
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,61%
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10,81%
20	CaO	4,12%
	boro	210 ppm

El análisis granulométrico de este producto dió los siguientes datos:

	sobre malla 35 escala Tyler	33,94%
25	" 60	16,68%

3.9.73  
C.M.H.

416509



sobre malla 80	13,92%
" 200	26,36%
" 325	6,10%
a través de malla 325	3,52%

5                    La adición de los aditivos, distribuidos uniforme  
mente a través del producto solidificado, tal como aquí se  
considera, unido con el método de enfriamiento rápido con  
aire para solidificación que produce este producto de mag-  
nesia aislante de la electricidad mejorado, es peculiar de  
10 este invento.

                  En comparación con la eliminación de impurezas inhe-  
rentes en los métodos anteriormente utilizados para la pre-  
paración de grano de magnesia de calidad eléctrica, tal co-  
mo el método de refinación en zona de horno de bandejas con  
15 vencional y el método de canal grande para lingotes, cuando  
se utiliza el método de enfriamiento rápido con aire los adi-  
tivos son distribuidos de manera uniforme a través de la ma-  
sa de cada uno de los granos solidificados enfriados rápida-  
mente con aire. La práctica del procedimiento de refinación  
20 en zonas o del método de canal grande para lingotes no es  
indicada cuando se desea una dispersión uniforme de los adi-  
tivos, ya que estos métodos harían que la alúmina, la síli-  
ce y la cal emigrasen a través de la fase de magnesia fundi-  
da según avanzase la operación de solidificación relativa-  
25 mente lenta, concentrándose las impurezas en la porción de

416509



la masa que es la última en solidificar. La utilización del método de enfriamiento rápido con aire es por lo tanto importante para la producción de un material de grano de aislamiento a base de magnesia del presente invento con el fin de obtener la uniformidad de composición deseada en que los aditivos de alúmina, sílice y cal son elementos importantes del producto resultante.

Se ha fundido magnesita de agua de mar con los aditivos antes descritos en un horno de sangrado convencional que tenía una cámara circular de aproximadamente 1,5 metros de diámetro. Cuando el baño fundido alcanzó el nivel deseado en el horno, se efectuó el sangrado, y el material fundido fue suministrado a la boquilla aspiradora arriba descrita. El material fundido fue hecho pasar a través de la boquilla a una velocidad de desde aproximadamente 45 kilogramos/minuto hasta una velocidad tan alta como de 90 kilogramos/minuto para producir un producto útil, gran parte del cual puede ser utilizado directamente a partir del horno, requiriendo sólo una porción del mismo alguna trituración. Después de que el volumen deseado de fluido hubo sido hecho circular desde la cámara de fusión el horno fue devuelto al ciclo de fusión, de manera que podría desarrollarse otra colada.

Todos los datos porcentuales arriba utilizados están dados en peso de la masa global que se considera. Esto sirve para el análisis químico de las composiciones produ-

416509



cidas en las diversas fusiones así como para la retención de esferas de diferentes tamaños sobre los tamices de mallas según la escala Tyler que se han indicado.

5 También se ha indicado arriba que la magnesita de agua de mar contiene impurezas diferentes de la cal arriba indicada. Estas impurezas han sido indicadas como más o menos inocuas y están presentes en cantidades muy pequeñas; por ejemplo, un análisis típico muestra la presencia de:

10                   0,07%                   ZrO<sub>2</sub>  
                  230 ppm               MnO<sub>2</sub>  
                  300 ppm               boro  
                  menos de 100 ppm NiO y  
                  menos de 100 ppm de azufre

15 Estas impurezas pueden ser toleradas en el producto enfriado rápidamente con aire, no necesitándose de ninguna operación especial de purificación.

20 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 3 de Julio de 1972, bajo el nº 268,739, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

3.9.73  
C.M.H.

416509

12.7



REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª.- Un método para preparar un producto de magnesia granular, particularmente útil como un aislante de la electricidad, que comprende formar una composición de magnesia fundida y enfriada rápidamente con aire, incluyendo dicha composición enfriada rápidamente con aire una porción en la forma de esferas macizas con tamaño menor del de tamiz de malla 35 de la escala Tyler y estando formada otra  
15 porción por esferas macizas trituradas que eran mayores del de tamiz de malla 35, pero que después de trituración pasaban a través de un tamiz de malla 35 de la escala Tyler.

20 2ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª, en que la otra porción de dicha mezcla comprende partículas producidas por trituración de esferas macizas de la composición de magnesia fundida y enfriada rápidamente con aire, que pasan a través de un tamiz de malla 4 y son retenidas sobre un tamiz de malla 35 de la escala Tyler.

25 3ª.- Un método de acuerdo con las reivindicacio-

3.9.73  
C.M.H.

416509



nes 1ª ó 2ª, en el que se incluye hasta 25% en peso de alúmina, hasta 25% en peso de sílice, y un contenido de cal menor de la mitad del contenido de sílice.

5 4ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 3ª, en que se incluye 10% en peso de alúmina y 20% en peso de sílice, y preferiblemente 1% en peso de cal, siendo el resto magnesia e impurezas inocuas.

10 5ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado por fundir un manantial comercial de magnesia en la presencia de desde 10% hasta 40% en peso de aditivos, incluyendo al menos algo de alúmina, sílice o cal o una mezcla de ellas, y luego enfriar rápidamente con aire la composición de magnesia fundida en una corriente de aire comprimido para producir esferas solidificadas de las cuales más del 40% son de tamaño menor del de tamiz de malla 15 35 en la escala Tyler, triturar el resto de las esferas de mayor tamaño de la composición de magnesia enfriada rápidamente con aire para que pasen a través del tamiz de malla 20 35 de la escala Tyler, y mezclar las esferas trituradas y las esferas más pequeñas enfriadas rápidamente con aire, para proporcionar una mezcla homogénea.

25 6ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 5ª, en que se funde con dichos aditivos magnesita de agua de mar.

25

8-10-75

- 28 -

416509



7<sup>a</sup>.- Un método de acuerdo con la reivindicación 6<sup>a</sup>, en que la magnesita es fundida en un baño en que la magnesia constituye del 60% al 90% del peso del baño, incluyendo el baño dichos aditivos en las proporciones de hasta 25% en peso de alúmina, hasta 25% en peso de sílice, y un contenido de cal menor de la mitad del contenido de sílice.

8<sup>a</sup>.- Un método de acuerdo con la reivindicación 7<sup>a</sup>, en que la magnesita es fundida en un baño en el que la cal, la magnesita y las impurezas inocuas constituyen el 70% en peso del baño; incluyendo el baño dichos aditivos en la proporción de 10% en peso de alúmina y 20% en peso de sílice.

9<sup>a</sup>.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 6<sup>a</sup> a 8<sup>a</sup>, en que la magnesita y los aditivos son fundidos en la presencia de cal, siendo cal el 1% del peso total del baño.

10<sup>a</sup>.- Un método para preparar un producto de magnesia granular.

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

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

Madrid,

P.A.

10 OCT. 1975

Oscar de Elzaburu  
Per. Indus.

25

8-10-75

- 29 -