

19 SET. 

418039

P.- 55.105
K 5100 SPA

Int. Cl.: C01F

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA por 20 años
a nombre de SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ
B.V.

entidad holandesa

establecida en Carel van Bylandtlaan 30, La Haya,
Holanda

por: "PROCEDIMIENTO PARA AUMENTAR LA DENSIDAD APARENTE
DE CLORURO DE MAGNESIO"
(Clase Internacional C01g)

12.9.73.



La presente invención se refiere a un método para aumentar la densidad aparente de cloruro de magnesio que contiene 2-16% en peso de agua y que tiene una densidad aparente menor que 300 kg/m³.

5 La preparación de magnesio se efectúa frecuentemente en la técnica por electrolisis de cloruro de magnesio anhidro fundido.

10 Para la preparación de cloruro de magnesio anhidro se parte generalmente en la práctica de soluciones acuosas de cloruro de magnesio, pudiendo contener dichas soluciones pequeñas cantidades de sales de otros metales, tales como potasio y/o sodio, dependiendo del origen de las soluciones de cloruro de magnesio, por ejemplo de depósitos de sales naturales o de agua marina.
15

Generalmente, el agua se elimina de una solución acuosa de cloruro de magnesio en diversas etapas de secado. Para evitar la hidrólisis del cloruro de magnesio en magnitud indeseable (y convertir en MgCl₂ cualesquiera productos de hidrólisis, tales como MgOHCl y MgO) es esencial que se tomen precauciones especiales durante el secado de los hidratos de cloruro de magnesio que contienen 2 moles de H₂O, o menos, por mol de MgCl₂, consistiendo usualmente dichas precauciones en
20 la eliminación de agua en presencia de ácido clorhídrico
25

12.9.73.



gaseoso.

Para la eliminación de agua de una solución de cloruro de magnesio, en particular de una solución acuosa saturada de cloruro de magnesio (que contiene 10-12 moles de H_2O por mol de $MgCl_2$) se usa muy convenientemente el secado por pulverización. Así, la solución de cloruro de magnesio se pulveriza, por ejemplo, en una torre, en contracorriente o en corriente paralela con, por ejemplo, aire. De esta manera se obtiene un polvo que aún puede contener 2-16% en peso de agua, y que consiste en partículas muy finas que usualmente tienen la forma de peladuras y perlas huecas, que tienen una densidad aparente menor que 300 kg/m^3 . Estas partículas pueden contener no solo $MgCl_2$, sino también sus productos de hidrólisis (por ejemplo MgO y $MgOHCl$), generalmente en cantidad de 0,5-6% en peso (calculado como MgO).

Para mayor deshidratación del polvo resultante, y conversión de dicho producto de hidrólisis en $MgCl_2$, es necesario un tratamiento con ácido clorhídrico, pero esto requiere instalaciones grandes, debido al hecho de que las partículas tienen baja densidad aparente. Por ejemplo, cuando se pretende efectuar este tratamiento con ácido clorhídrico en un lecho fluidizado, se han de usar velocidades de gas muy altas (lo que necesita

25
12.9.73.



ta grandes lechos fluidizados), o bien, debido a su baja densidad aparente o pequeño tamaño de partícula, una parte sustancial del polvo es expulsada por soplado del lecho, y no es sometida a secado. Además, el material
5 fino que es soplado desde un lecho fluidizado no puede ser recuperado de manera económica.

Se ha hallado ahora un método para aumentar la densidad aparente y permitir así el tratamiento adicional del cloruro de magnesio, el cual método no
10 implica dichos inconvenientes.

Según la invención, se hace que el material sólido se aglomere por agitación mecánica a una temperatura entre 200°C y 500°C.

Aunque, desde luego, se puede usar como
15 dicho material sólido cualquier polvo de cloruro de magnesio que contenga 2-16% en peso de agua y que tenga una densidad aparente menor que 300 kg/m³, se da preferencia a un polvo que contiene cloruro de magnesio del tipo que ha sido obtenido por secado por pulverización
20 de una solución acuosa de cloruro de magnesio. Este polvo contiene preferiblemente 2-6% en peso de agua.

Con la expresión "cloruro de magnesio que contiene 2-16% en peso de agua" también se quiere decir, por supuesto, mezclas consistentes principalmente en
25 cloruro de magnesio que contiene no solo H₂O y MgCl₂,
12.9.73.



sino también pequeñas cantidades de los productos de hidrólisis de $MgCl_2$ antes mencionados ($MgOHCl$ y MgO), y pequeñas cantidades de otras sales, tales como KCl y/o $NaCl$.

5 La densidad aparente se aumenta preferiblemente hasta más de 600 kg/m^3 . Desde luego, se ha de tener cuidado de que no se formen aglomerados extremadamente grandes, ya que son difíciles de deshidratar. Las densidades aparentes de $700-1000 \text{ kg/m}^3$ son muy adecuadas. Los aglomerados resultantes serán generalmente
10 gránulos que tienen un diámetro de 1-10, en particular 1-4 mm.

La agitación mecánica puede ser efectuada de cualquier manera deseada, pero se prefiere el uso de
15 un agitador. El agitador ha de estar diseñado de manera que se asegure la aglomeración hasta la densidad aparente deseada. Es muy adecuado un agitador de cinta.

La velocidad de agitación y la energía a suministrar al agitador dependen del tamaño y la forma
20 del reactor en que se efectúa la aglomeración, de la forma y el tipo del agitador, de la situación del mismo y de la densidad aparente deseada para el polvo, y pueden ser determinadas fácilmente por los expertos en la técnica, en cada caso individual, empíricamente.

25
12.9.73.

Si se desea, se puede hacer pasar a tra-



vés del reactor, durante la aglomeración, algún gas inerte, es decir, un gas que no reaccione con $MgCl_2$ ni H_2O bajo las condiciones reinantes.

5 Se obtienen muy buenos resultados si la temperatura está entre $250^{\circ}C$ y $450^{\circ}C$ durante la agitación mecánica, aunque no se excluyen en absoluto las temperaturas más altas, hasta el punto de fusión del material sólido.

10 El material sólido obtenido tras la aglomeración según la invención puede seguir siendo secado subsiguientemente, muy adecuadamente en un segundo reactor, por ejemplo un lecho fluidizado, mediante un gas que contenga ácido clorhídrico o consista en él.

15 Se prefiere efectuar el aumento de la densidad aparente y la deshidratación (y la conversión de MgO y $MgOHCl$ en $MgCl_2$) en un reactor. Para ello se hace pasar por el reactor un gas consistente total o parcialmente en ácido clorhídrico; para este fin se prefiere un gas consistente enteramente en ácido clorhídrico. La
20 presión en este reactor puede variar ampliamente, y generalmente esta entre 1 y 4 atm. manométricas; las velocidades espaciales atractivas del gas consistente total o parcialmente en ácido clorhídrico varían entre 0,5 y 20 cm/seg.

25
12.9.73.

Cuando se suministra ácido clorhídrico ga



seoso al reactor según se ha descrito antes, se puede eliminar el agua suficiente del material sólido aglomerado, de manera sencilla, para obtener cloruro de magnesio que contiene cantidades de agua, MgO y $MgOHCl$ tan pequeñas que tras fundirle, sin más tratamiento, será adecuado para ser sometido a electrolisis para la preparación de magnesio metálico.

EJEMPLO

Una cantidad de 100 g de polvo obtenido por secado por pulverización de una solución acuosa de cloruro de magnesio, y que consiste principalmente en cloruro de magnesio (polvo del cual se indican las propiedades en la Tabla), fue introducida en un reactor cilíndrico consistente en cuarzo, y que tenía un diámetro de 64 mm, cuyo fondo consistía en una placa sinterizada permeable a los gases, y que estaba provisto de un agitador de cinta, de Hastalloy-B, con una holgura de 1 mm desde la pared.

Se hizo pasar por el fondo ácido clorhídrico gaseoso a una presión de aproximadamente 1 atm, a través del polvo, a velocidad de aproximadamente 1 cm/seg, con el resultado de que se fluidizó el polvo, siendo aumentada lentamente la temperatura del contenido del reactor, por calentamiento exterior. Cuando el polvo hubo alcanzado una temperatura de 290°C se puso en marcha

25
12.9.73.



5 el agitador a una velocidad de 40 rpm. Los aglomerados resultantes tenían un diámetro de 1-2 mm y una densidad aparente de 880 kg/m^3 . La temperatura fue elevada lentamente hasta 450°C , y se continuó la agitación y el paso de ácido clorhídrico durante otras 2 horas. El cloruro de magnesio obtenido estaba sustancialmente anhidro (véase la Tabla).

TABLA

	<u>Alimen-</u> <u>tación</u>	<u>Inmediatamente</u> <u>después de</u> <u>aglomeración</u>	<u>Estado</u> <u>final</u>
Densidad aparente (kg/m^3)	190	860	870
Diámetro medio (mm)	0,03	1,5	1,5
% en peso de agua	3,6	-	0,2

15

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, el 23 de Agosto de 1972, bajo el Nº 7211471, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

20
12.9.73.

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:

5 1ª.- Procedimiento para aumentar la densidad aparente de cloruro de magnesio que contiene 2-16% en peso de agua y que tiene una densidad aparente menor que 300 kg/m^3 , caracterizado porque el material sólido es aglomerado por agitación mecánica a una temperatura entre 200°C y 500°C .

10 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el material sólido ha sido obtenido secando por pulverización una solución acuosa de cloruro de magnesio.

15 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª-2ª, caracterizado porque la densidad aparente se aumenta hasta más de 600 kg/m^3 .

 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 3ª, caracterizado porque la densidad aparente se aumenta hasta $700-1000 \text{ kg/m}^3$.

20 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque los aglomerados son gránulos que tienen un diámetro de 1-10 mm, en particular 1-4 mm.

25 6ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque

12.9.73.



19 SET



la agitación mecánica se efectúa mediante un agitador.

7^a.-- Procedimiento según la reivindicación 6^a, caracterizado porque el agitador es un agitador de cinta.

5 8^a.-- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la temperatura está entre 250°C y 450°C durante la agitación mecánica.

10 9^a.-- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la aglomeración se efectúa por paso de un gas consistente total o parcialmente en ácido clorhídrico.

15 10^a.-- Procedimiento según la reivindicación 9^a, caracterizado porque dicho gas consiste totalmente en ácido clorhídrico.

11^a.-- Procedimiento según las reivindicaciones 9^a ó 10^a, caracterizado porque el gas que consiste total o parcialmente en ácido clorhídrico se hace pasar a una velocidad de 0,50-20 cm/seg.

20 12^a.-- Procedimiento para aumentar la densidad aparente de cloruro de magnesio.

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

12.9.73.



1973



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

Madrid,

P. A.

Arta
FEDERACIÓN DE TRABAJADORES
DE ESPAÑA

G.D.S.
12.9.73.

