

10 MAR. 1975

P.- 59.575

B 5020 SPA

434785

MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl.	C22B

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de BILLITON RESEARCH-B.V.

entidad holandesa

establecida en Louis Couperusplein 19, La Haya,  
Holanda

**CONCEDIDA**

25 NOV. 1976

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MAGNESIO"  
(Clase Internacional C22B)

La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de magnesio mediante reducción de un material oxidado que contiene magnesio a temperatura elevada por medio de carbono.

5 Se conoce en la técnica una reacción de este tipo, en la que la temperatura usada excede de 2000°C. La reacción supuesta  $MgO + C \rightleftharpoons Mg + CO$  es reversible y se forman simultáneamente dos productos gaseosos (vapor de magnesio y monóxido de carbono), que tienden a regenerar los compuestos primitivos a temperaturas más bajas,  
10 por ejemplo a temperaturas comprendidas entre 1120°C y 2000°C. Por consiguiente ha sido necesario enfriar rápidamente la reacción. Aun cuando la reacción ha sido usada a escala técnica de este modo, es difícil y antieconómica.  
15

Se ha encontrado en la actualidad que la reacción entre el óxido de magnesio y el carbono puede ser efectuada sustancialmente por debajo de 2000°C, asegurándose de que también se encuentren presentes en el medio de reacción hierro, cobalto, níquel, cromo o manganeso.  
20

Por tanto, la invención se refiere a un procedimiento para la preparación de magnesio por reducción de un material oxidado que contiene magnesio a temperaturas elevadas, por medio de carbono, caracterizado por  
25 que se encuentran presentes también en la mezcla de

reacción hierro, cobalto, níquel, cromo o manganeso, y porque la reducción tiene lugar a una temperatura comprendida entre 1000°C y 2000°C.

5 El carbono necesario para la reducción se mezcla sencillamente con el metal, por ejemplo hierro, pero también puede estar presente en el metal en forma de una solución, si se desea como una solución sólida. El estado físico de la mezcla puede deducirse de los conocidos diagramas de fases de carbono y hierro (o cobalto o níquel).

10 La reducción tiene lugar a una temperatura comprendida entre 1000°C y 2000°C, de preferencia entre 1100°C y 1700°C, más preferiblemente entre 1200°C y 1600°C, lo que significa un modo de operación sencillo y un ahorro sustancial de energía.

En la reducción el hierro u otro metal se recupera una vez completada la reacción. La función del hierro no está totalmente clara, pudiendo ser descrito, por ejemplo, como catalizador.

20 La reacción de la mezcla puede ser representada, sencillamente, mediante  $MgO + C \rightarrow Mg + CO$ . Como se desprende de esta ecuación de reacción, para una conversión completa se necesita un átomo de carbono por molécula de óxido de magnesio.

25 No obstante, en la mezcla de reacción es posi

ble usar tanto un exceso como un defecto de carbono.  
Por ejemplo, mezclando exceso de carbono con óxido de  
magnesio y hierro, el producto obtenido después de la  
reacción consta de Fe, C y Mg, si se emplea una presión  
5 suficientemente alta. Este producto puede ser usado,  
por ejemplo, para la desulfuración de acero o hierro co-  
lado.

Si se usa un defecto de carbono a presión in-  
ferior a la atmosférica, se obtiene un residuo que se  
10 vuelve a mezclar con mucha facilidad con el óxido de  
magnesio y el carbono, hasta la proporción primitiva,  
después de lo cual puede volver a calentarse la mezcla.  
Por consiguiente, el hierro se recircula. Asimismo pue-  
de ser obtenida una buena capacidad de tratamiento del  
15 residuo no permitiendo que la reacción sea completa, de  
modo que se evite la sinterización de las partículas de  
metal del residuo.

La cantidad usada de hierro u otro metal pue-  
de variar ampliamente; puede ser grande, por ejemplo  
20 hasta 2000 veces la cantidad de carbono en peso.

Es más práctico usar una cantidad de hierro  
hasta de 25 veces la cantidad en peso de carbono, si  
bien el hierro ejerce todavía su función catalítica en  
una proporción de la mitad de la cantidad del carbono  
25 en peso.

También es posible ocasionar la formación de hierro finamente dividido durante el proceso de reducción usando compuestos de hierro en lugar de hierro. El hierro o compuestos de hierro pueden ser reemplazados total o parcialmente por cobalto, níquel, cromo o manganeso, o sus compuestos.

Si durante la reacción se encuentra invariablemente presente suficiente carbono con respecto al metal, éste tendrá un efecto favorable sobre la temperatura de reacción, porque los citados metales pueden formar con el carbono aleaciones de bajo punto de fusión (eutécticos). Por ejemplo, la composición eutéctica hierro/carbono funde a aproximadamente 1150°C.

La reacción puede ser llevada a cabo a lo largo de una zona de presiones muy amplia, por ejemplo entre  $10^{-5}$  mm de Hg y  $10^4$  mm de Hg, en particular entre  $10^{-3}$  mm de Hg y  $10^2$  mm de Hg.

Para la fabricación de magnesio metálico es ventajoso que este metal sea recuperado de la mezcla de reacción en estado gaseoso.

Si la reacción se lleva a cabo a una temperatura inferior, es ventajoso emplear una presión inferior a la atmosférica para aumentar la velocidad de reacción. Por ejemplo todavía se mide una velocidad de reacción alta a 1200°C y una presión de  $10^{-3}$  mm de Hg.

El producto antes citado, constituido por Fe, C y Mg se prepara a alta presión.

Ahora que pueden ser usadas temperaturas de reacción bajas, se encuentra que la supresión de la reacción inversa  $Mg + CO \rightarrow MgO + C$  no presenta problema alguno. En un sencillo condensador enfriado con agua, por ejemplo, se depositó magnesio metálico de pureza superior al 95%.

No se había formado polvo de magnesio fácilmente oxidable; el depósito podía fundirse con facilidad.

#### EJEMPLO I

Se mezclaron polvo de Fe, polvo de MgO y polvo de C, y se calentó en un crisol de óxido de zirconio en un horno de vacío. La mezcla inicial contenía 25% en peso de óxido de magnesio, 4% en peso de carbono y 71% en peso de hierro. La temperatura fue aproximadamente 1500°C y la presión de  $10^{-3}$  mm de Hg. Después del ensayo se encontró que el residuo no contenía más carbono y todavía se encontraba presente una cantidad de 16,8% de magnesio.

#### EJEMPLO II

Se calentaron 52,4 g de una mezcla que contenía 35% de MgO, 15% de C y 50% de Fe a 1200°C durante 3 horas, a una presión de  $1\frac{1}{2} \times 10^{-3}$  mm de Hg. Tuvo lu-

gar una pérdida de peso de 46%. El residuo contenía todavía 3,9% de óxido de magnesio. El magnesio formado se depositó, de modo semejante a un espejo, en la parte más fría del aparato.

#### EJEMPLO III

23,8 g de una mezcla de 35% en peso de MgO, 15% en peso de C y 50% en peso de Fe, se calentaron a unos 1430°C en un crisol de óxido de zirconio en un horno, durante 3 horas a una presión de 3,5 mm de Hg. El magnesio metálico que había sublimado desde el crisol contenía 2,7% de oxígeno.

#### EJEMPLO IV

24,83 g de una mezcla de 50,5% en peso de MgO, 15,3% en peso de C y 34,2% en peso de Fe, fueron calentados en un crisol de óxido de zirconio durante 2 horas a 1380°C aproximadamente y una presión de 10 mm de Hg. Por medio de un análisis de C del residuo (13,05 g) se calculó que se habían sublimado 4,57 g de magnesio.

#### EJEMPLO V

19,8 g de una mezcla de 35% de MgO, 15% de C y 50% de Ni fueron calentados a una temperatura de 1390°C en un crisol de alúmina durante 1 2/3 horas, a una presión de aproximadamente 3 mm de Hg. De la pérdida de peso de la mezcla de reacción (35,5%) y el contenido de oxígeno del residuo (5,0%) fue posible calcular

que se había convertido aproximadamente el 77% del óxido de magnesio.

EJEMPLO VI

5                   27,9 g de una mezcla que contenía 35% de MgO,  
15% de C y 50% de Co fueron calentados a 1380°C en un  
crisol de óxido de zirconio durante 1 1/2 horas a una  
presión de aproximadamente 4 mm de Hg. De la pérdida de  
peso de la mezcla de reducción (39%) y el contenido de  
oxígeno del residuo (3,3%), fue posible calcular que se  
10                   había convertido aproximadamente el 85% del óxido de  
magnesio.

EJEMPLO VII

15                   98,3 g de una mezcla de 40% de MgO, 18% de C  
y 42% de Fe fueron calentados a una temperatura de apro-  
ximadamente 1350°C en un tubo cerámico estanco a los ga-  
ses, a una presión de aproximadamente 10 mm de Hg. Se  
depositaron 19,7 g de magnesio en un condensador. Este  
magnésio contenía 1,8% en peso de O; 1,4% en peso de C  
y 0,1% en peso de Fe.

20                   La presente solicitud, que corresponde a la  
presentada en Holanda, el 18 de Febrero de 1974, bajo  
el Nº 74 02177, se acoge a los beneficios del Artículo  
51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

## 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 procedimiento para la preparación de magnesio mediante reducción de un material oxidado que contiene magnesio a temperatura elevada por medio de carbono, caracterizado porque también se encuentran presentes en la mezcla de reacción hierro, cobalto, níquel, cromo o manganeso, y porque la reducción tiene lugar a  
15                    una temperatura comprendida entre 1000°C y 2000°C.

                    2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la reacción tiene lugar a una temperatura comprendida entre 1100°C y 1700°C, de preferencia entre 1200°C y 1600°C.

20                    3ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª-2ª, caracterizado porque la cantidad en peso de carbono es por lo menos 0,05 partes en peso por cada 100 partes en peso de hierro.

                    4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª, caracterizado porque la cantidad en peso de carbono  
25                    es por lo menos 4 partes en peso por cada 100 partes en

peso de hierro.

5a.- Un procedimiento según la reivindicación 4a, caracterizado porque la cantidad en peso de carbono es 4-200 partes en peso por 100 partes en peso de hierro.

5 6a.- Un procedimiento según las reivindicaciones 3a-5a, caracterizado porque el hierro puede ser reemplazado parcialmente por níquel, cobalto, cromo o manganeso.

7a.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1a-6a, caracterizado porque durante la reacción la presión está comprendida entre  $10^{-5}$  y  $10^4$  mm de Hg.

8a.- Un procedimiento según la reivindicación 7a, caracterizado porque la presión está comprendida entre  $10^{-3}$  y  $10^2$  mm de Hg.

15 9a.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1a-8a, caracterizado porque se usa óxido de magnesio.

10a.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1a-9a, caracterizado porque se mezclan íntimamente óxido de magnesio, grafito y metal en forma de polvo, y porque la mezcla se calienta seguidamente.

11a.- Un procedimiento para la preparación de magnesio.

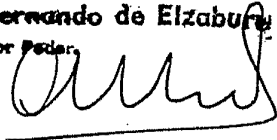
25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 11. NOV. 1976

P.A.

5

Fernando de Elizaburu  
Por Poder  


10

15

20

25

3-3-75

- 11 -

FMM./